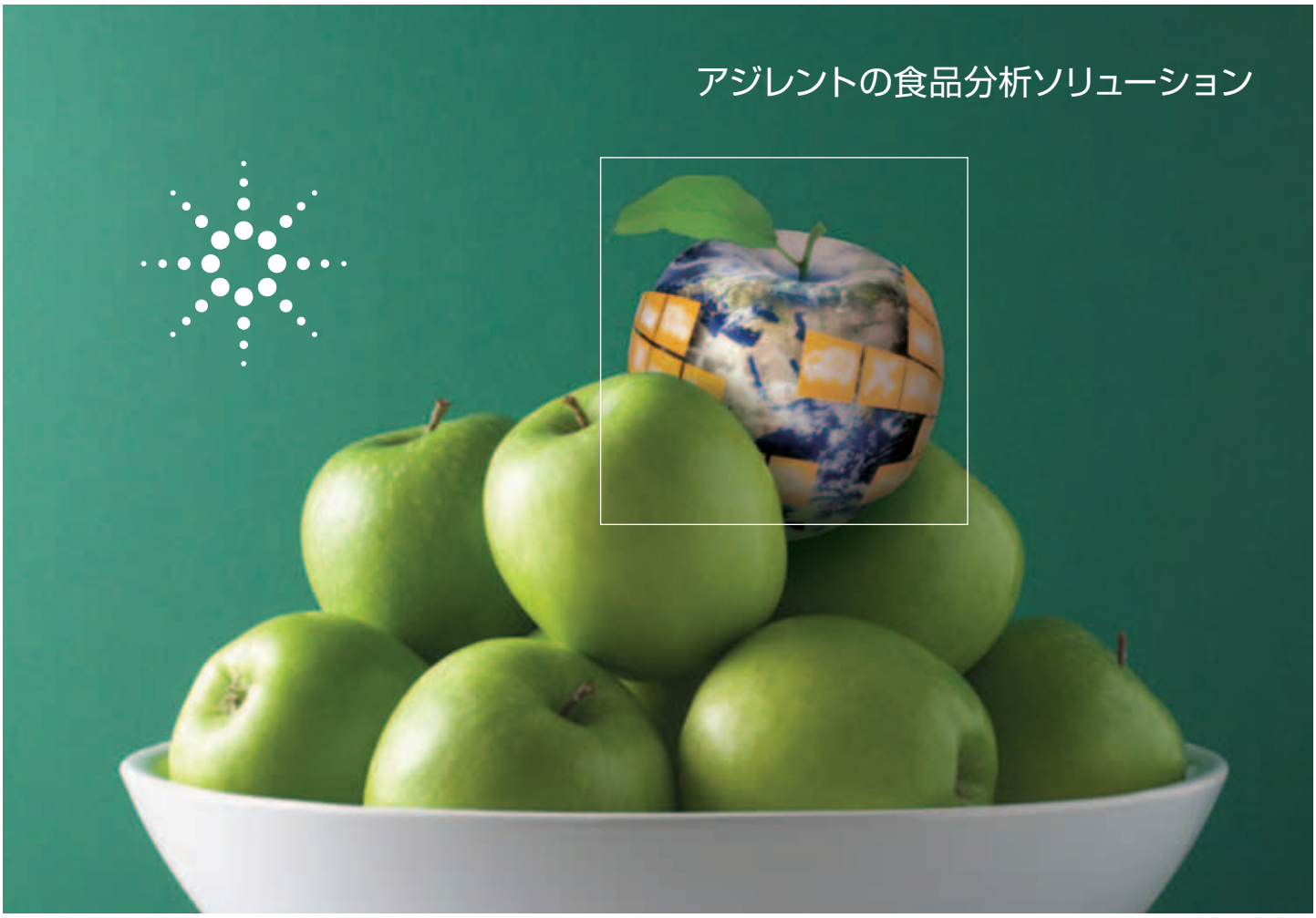


アジレントの食品分析トータルソリューション

食品の安全と開発を支援する
アジレントの分析ソリューション

The Measure of Confidence

Agilent Technologies

食品分析分野では、食品の安全性の観点から、厳密な規格や規則の遵守がますます求められています。
食品の開発では、付加価値の高い食品や機能性を有する食品が注目されており、人の健康に資するメタボロミクスやニュートリゲノミクスをターゲットとした研究も進められています。
アジレント・テクノロジーは、食品の安全と開発に役立つ最新の各種分析機器とソリューションの提供を通じて、食品の安全と開発を支援します。

食糧生産のグローバル化、日和見病原体、高齢化などの要因により、食物を原因とする感染症が、毎年数千万件も発生しています。

2006 年には、カリフォルニア州のホウレンソウが**大腸菌 E. coli** に汚染され、農家の損害額は 7000 万ドルを超えました (AP 通信)。

2008年には、**ミルク製品に混入されたメラミン**により、中国で 1 万 3000 人もの子どもが健康被害を受けました (CNN)。

2008 年、**トマトにサルモネラ菌**が広がり、米国の農家が 1 億ドルを超える損害を受けました (Farm Press)。

2010 年には、メキシコ湾の石油掘削施設が爆発し、原油が流出した結果、今後数年にわたり、**海産物の汚染**が続くと懸念されています (Time)。

安定した食品供給、食品の安全性確保、新たな研究開発を支えるため、アジレントは食品分析に関連するさまざまなソリューションを提供しています。

食品業界向け測定機器のリーディングカンパニーとして、アジレントは、以下のような化学的・生物学的テクノロジーを提供し、お客様の現在および将来の問題解決を支援します。

- 既存のアプリケーションにも新規アプリケーションにも対応する、**強力な GC/MS および LC/MS 機器**
- 低分子量の化合物や生体分子の同定、キャラクタライゼーション、定量を可能にし、高度な研究を支援する **LC/Q-TOF システムおよび GC/Q-TOF システム**
- 分析ラボの分析ニーズやワークフローに適した **GC および LC システム**
- 同定および定量向け**分子分光分析装置**
- PCR/RFLP 種同定や、MS 検出により可能になる MassCode PCR テクニックなどの、**信頼性の高いバイオ分析ツール**
- より多くのサンプルを、より速く分析できる**高性能オートサンプラやサンプル前処理ワークベンチ**
- 複雑なマトリックスからサンプルを効率よく抽出・濃縮できる **SPE 製品**
- 複雑な分析ニーズに応える、Poroshell 120 や ZORBAX Rapid Resolution High Definition といった**高速、高分離能 LC/MS 用カラム**
- 最新の食品メタボロミクス研究に有用な **MS 機器用多変量解析ソフトウェア**
- 農薬、動物用医薬品、マイコトキシン、ダイオキシン、微量金属、アレルゲンなどの化学物質の分析**アプリケーション例**

アジレントは、食品業界の世界的なリーダー (民間ラボや政府機関、大学など) と継続的に提携関係を結び、新たなソリューションやアプリケーションの開発に努めています。

目次 : 食品分析用各種分析機器とアプリケーション

GC アプリケーション 4
FAME・トランス脂肪酸農薬・伝染病抑制剤

GC/MS/MS および GC/MS アプリケーション 6
農薬、メタボロミクス・多変量解析アプリケーション

LC および CE アプリケーション 12
脂質、有機酸、アミノ酸、糖類

LC/MS および LC/MS/MSアプリケーション 14
農薬、アフラトキシン、マイコトキシン、メタボロミクス・多変量解析アプリケーション

元素分析 (AA、ICP-OES、ICP-MS) アプリケーション 18
重金属、微量元素、肥料、産地判別

分子分光 (NMR、蛍光、FTIR、UV-Vis) アプリケーション 22
サプリメント添加物、感光性サンプル、エタノール、酵素

生物学的アプリケーション 26
魚、米、肉、小麦のスペシエーション、MassCode PCR

サンプル前処理およびクロマトグラフィカラム 28
QuEChERS、SPE、カラム、消耗品
マイコトキシン、農薬、多環芳香族類 (PAHs)、動物用医薬品

サポートサービス

アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、**www.agilent.com/chem/jp** をご覧ください。

ガスクロマトグラフィ

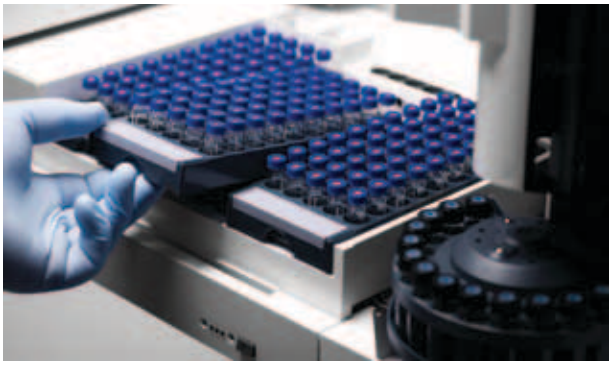
きわめて専門性の高いアプリケーションに確実に対応

40 年以上の実績を誇るアジレントの GC システムは、信頼性の高い分析結果を提供するという目的のために設計されています。アジレントは一貫して、最先端の分離機能や強力な生産性機能、リアルタイムの自己診断インテリジェンス機能を全てのラボに提供しています。アジレントの GC システムには、以下のような特長があります。

- **業界最高の信頼性**：統合型のエレクトロニクスと最先端の機械的設計により、優れた信頼性を実現します。
- **卓越したリテンションタイムの再現性**：完全なエレクトロニックニューマティクスコントロールと正確なオーブン温度制御により、迅速で容易な圧力と流量の設定を実現しました。第 5 世代の EPC とデジタルエレクトロニクスにより、分析結果の一貫性を維持します。
- **簡単なメソッド設定**：パワフルで使いやすいユーザーフレンドリなソフトウェアにより、システムの操作を簡単にし、トレーニングコストを最小限に抑えます。
- **優れた生産性**：オーブン冷却速度や GC オーブン昇温速度の高速化により、短い時間でより多くの分析を実行できます。サンプルあたりのコストも低減できます。

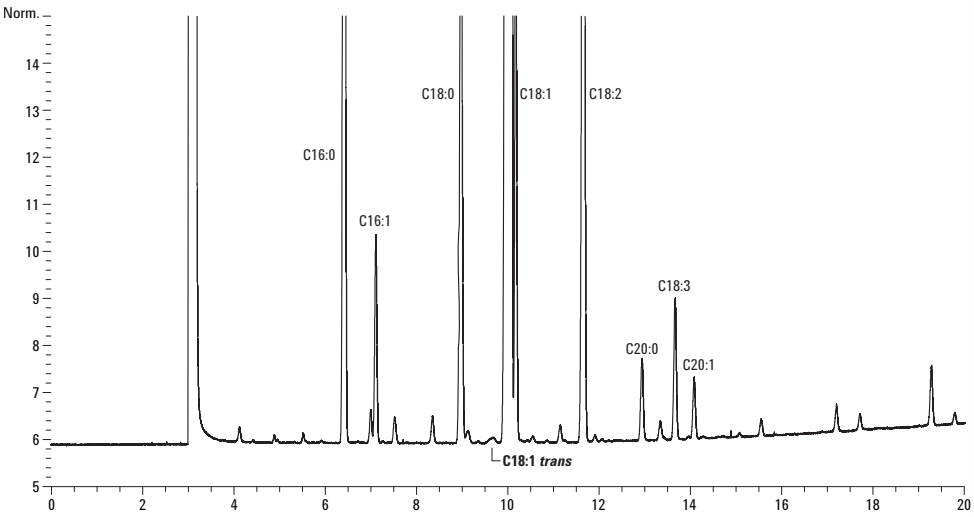
Agilent 7890A ガスクロマトグラフは、優れた分離機能と生産性向上のための機能を両立させた業界を代表する GC プラットフォームです。

- **先進の技術**：
  - キャピラリ・フロー・テクノロジー (バックフラッシュなど) により、ガスフローの操作を可能にすることで、最先端の分離技術に対応し、分析のサイクル時間を短縮します。
  - Agilent LTM (Low Thermal Mass) 技術により、直接的なキャピラリカラムの高速加熱冷却を可能にし、GC の生産性を大幅に向上します。
  - 新しいマルチモード注入口により、複数のスプリット / スプリットレスモード、昇温プログラム、大容量注入に対応します。
  - 高速で正確なオートサンプラは、サンプル前処理機能も搭載しているので、結果のばらつきや再分析の手間を排除できます。

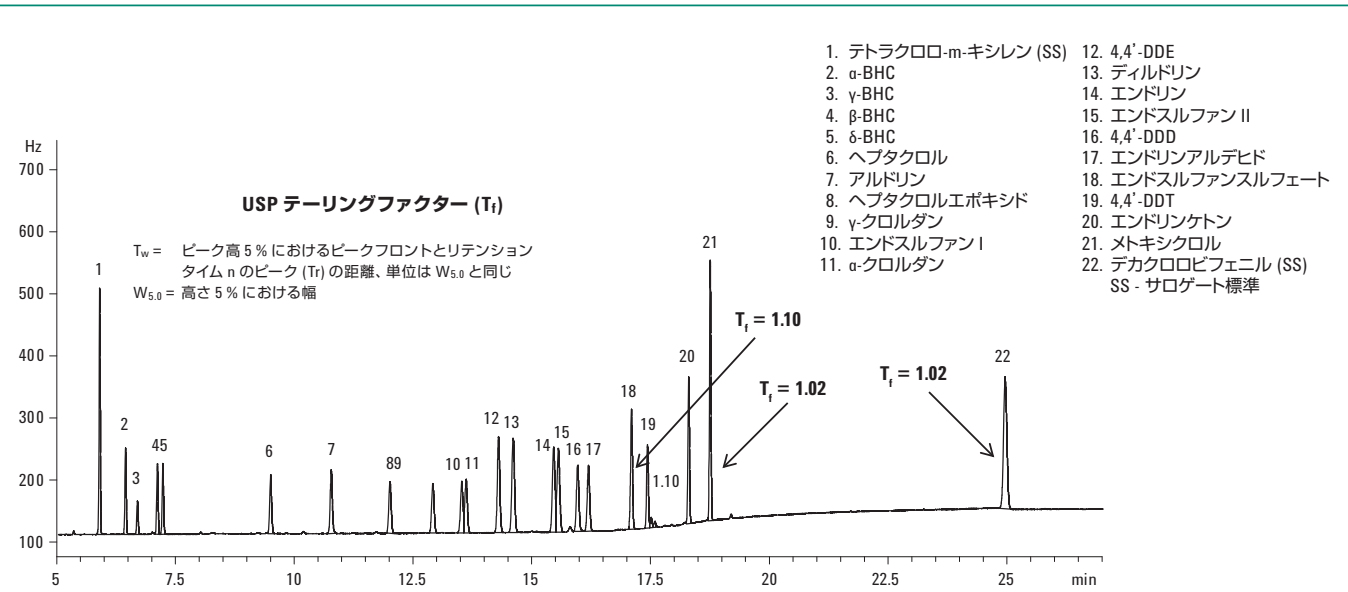


7693A オートサンプラは高速注入性能に加え、希釈・内標添加・溶媒抽出・誘導体化などの各種前処理の自動化機能を装備しています。

LTM システムは超高速 GC 分析を実現します。キャピラリ・フロー・テクノロジーと組み合わせることで、生産性の向上を可能にします。



非常に困難な cis-trans 分離には、HP-88 カラムを推奨します。
このカラムは、オリーブオイルの GC 分析にも最適です。



伝染病抑制剤は、農作物の害虫や疾病を防ぐために使用される各種の農薬です。この例では、Agilent J&W HP-1ms ウルトライナートキャピラリ GC カラムを用いて、微量の塩素化伝染病抑制剤を分析しています。微量レベルにおける左右対称のピーク形状と優れたシグナル/ノイズ比は、ウルトライナートカラムの不活性の高さを示しています。

アジレントの食品安全性分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

GC/MS/MS と GC/MS

ダーティサンプルや困難な分析でも優れた感度と選択性を実現

ターゲット化合物の定量や未知化合物の検出を行う場合、優れた検出下限と高速測定を兼ね備えた分析を実現するための最良の方法は、GC/MS/MS アプリケーションに特化した設計のシステムを使用することです。

Agilent トリプル四重極 GC/MS (GC/MS/MS) システムは、ゼロから新設計されたもので、独自のソリッドイナートイオン源、定評のある石英四重極、革新的なコリジョンセルデザイン、トリプルアクシスディテクタを備えています。

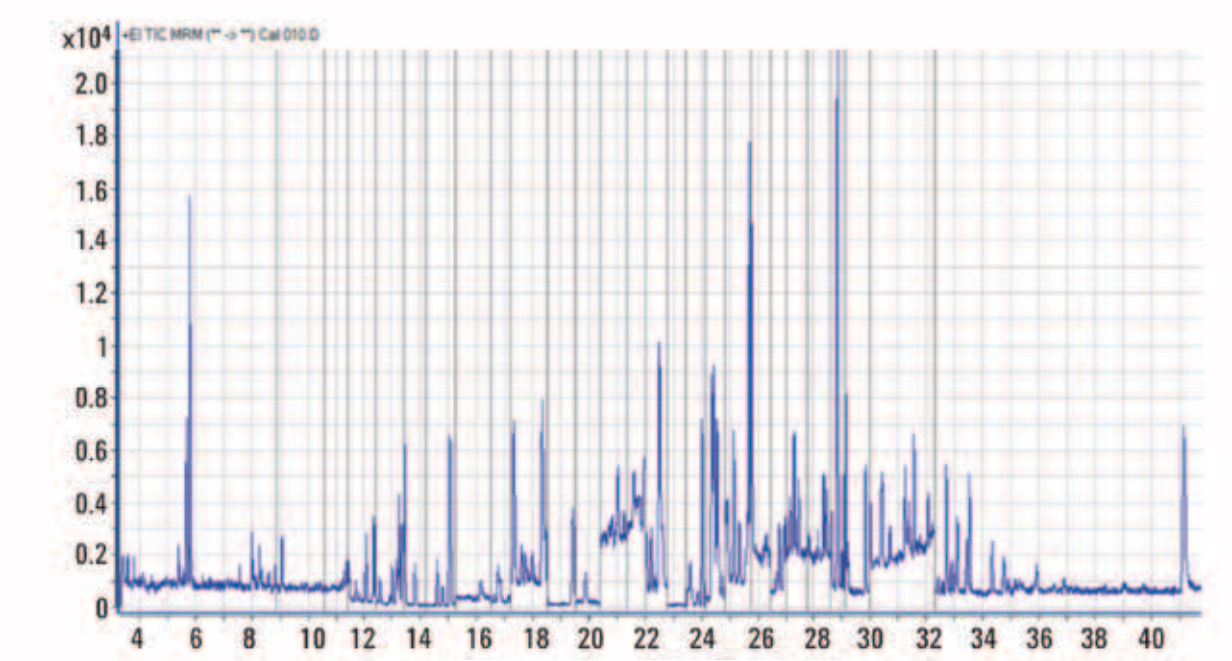
Agilent 7200 Q-TOF は、革新的なイオン源デザイン、高温石英マスフィルタ、高効率コリジョンセルを備えており、最高の検出感度で正確な分子式と構造情報を迅速に提供します。また、きわめて厳しい分析条件にも対応します。

- **優れた信頼性**：高温の金メッキ石英四重極により、沸点の高い成分を気化させて取り除くため、四重極が汚染されません。
- 凝縮やシグナルロスを引き起こすコールドスポットのない設計により、**質の高い優れたスペクトル忠実性**を備えています。
- トリプル四重極 GC/MS 専用に設計されたデータ解析、レビュー、レポート作成などのツールにより、間違いのない分析結果を報告することができます。
- **分析の高速化**：最高毎秒 500 MRM トランジションという取り込みスピードにより、データ品質を損なうことなく、高速分析に対応します。

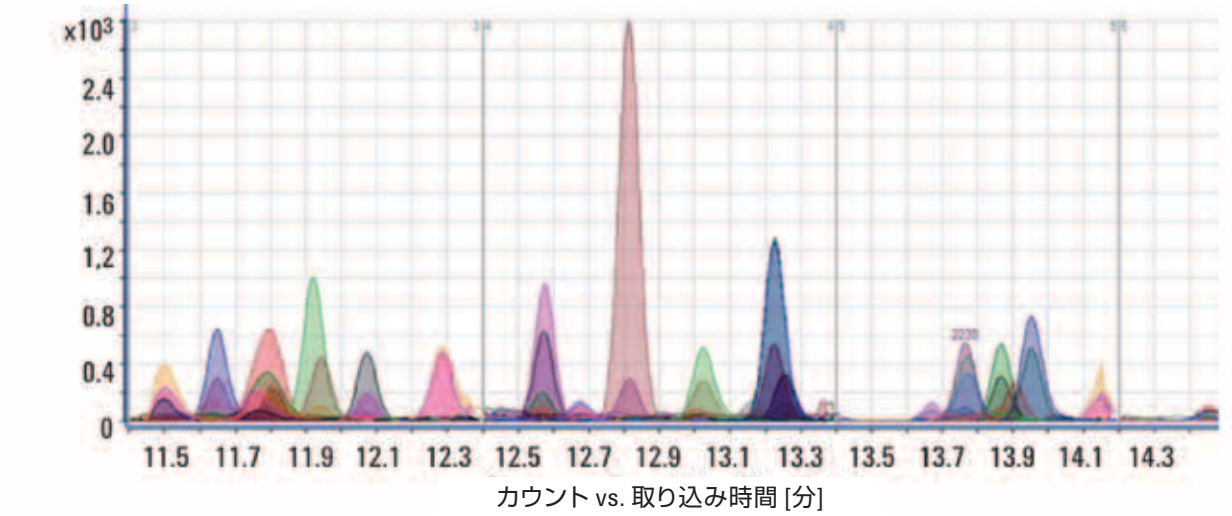
Agilent 7000B トリプル四重極 GC/MS は、業界最高の信頼性と、複雑なマトリックスにおけるフェムトグラム域の感度を兼ね備えています。

Agilent 240 イオントラップ GC/MS は、複数回の MS/MS スペクトル取得により、未知の化合物をより確実に同定します。

Agilent 7200 Q-TOF は、GC 専用に開発された四重型飛行時間型質量分析装置です。MS/MS による化合物の構造情報が得られるため、精密な分子量だけでなく構造情報が得られます。食品安全、香気成分やメタボロミクスといった食品開発のアプリケーションまで、幅広い食品分析への適用が可能です。



カウント vs. 取り込み時間 [分]



カウント vs. 取り込み時間 [分]

GC/MS/MS 分析は、SIM メソッドの精度や検出下限に悪影響を与えるマトリックス干渉を大幅に低減、もしくは完全に排除します。

この例では、野菜抽出液に含まれる 360 種類の農薬について、MRM (マルチリアクションモニタリング) モードで測定しました。上段に TIC クロマトグラム (各 MRM セグメントを灰色のラインで示します)、下段に 11.5～14.3 分の重ね表示による拡大クロマトグラムを示します。このように MRM モードにより、共溶出する多くの化合物でも正確な定量が可能です。

アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

信頼性の高い一貫したルーチン分析を実現する、業界最高の GC/MSD システム

Agilent 5975 シリーズ GC/MSD は、システムのメンテナンスにかかる時間を短縮し、より多くの時間を分析に費やすことを可能にします。このシステムは、微量分析に欠かせない以下の特長を兼ね備えています。

- **最先端の機能**：ソリッドイナートイオン源、石英四重極アナライザ、シグナル / ノイズ比の優れたトリプルアクシスディテクタにより、MS 分解能、スペクトルの完全性、検出下限を著しく向上します。
- **スループットの向上**：自動化、分離の高速化、検出サイクルの短縮により、短い時間でより多くのサンプルを分析できるようになります。
- **稼働時間を最大化**：現実に即したエンジニアリングおよびシステムインテリジェンス機能により、高度な自己判断機能、強力なリモートが可能で、容易なシステム維持管理と運用を実現します。

Agilent 5975C シリーズ GC/MSD は、革新的なハードウェアとソフトウェア機能を兼ね備え、注入から最終レポートに至るまでのパフォーマンスを最適化します。さらに、これまでになく優れた検出下限 (LOD) と定量下限 (LOQ) を実現します。

複雑なマトリックスに含まれる化合物の定性と定量を迅速化するデコンボリューションソフトウェア (DRS)

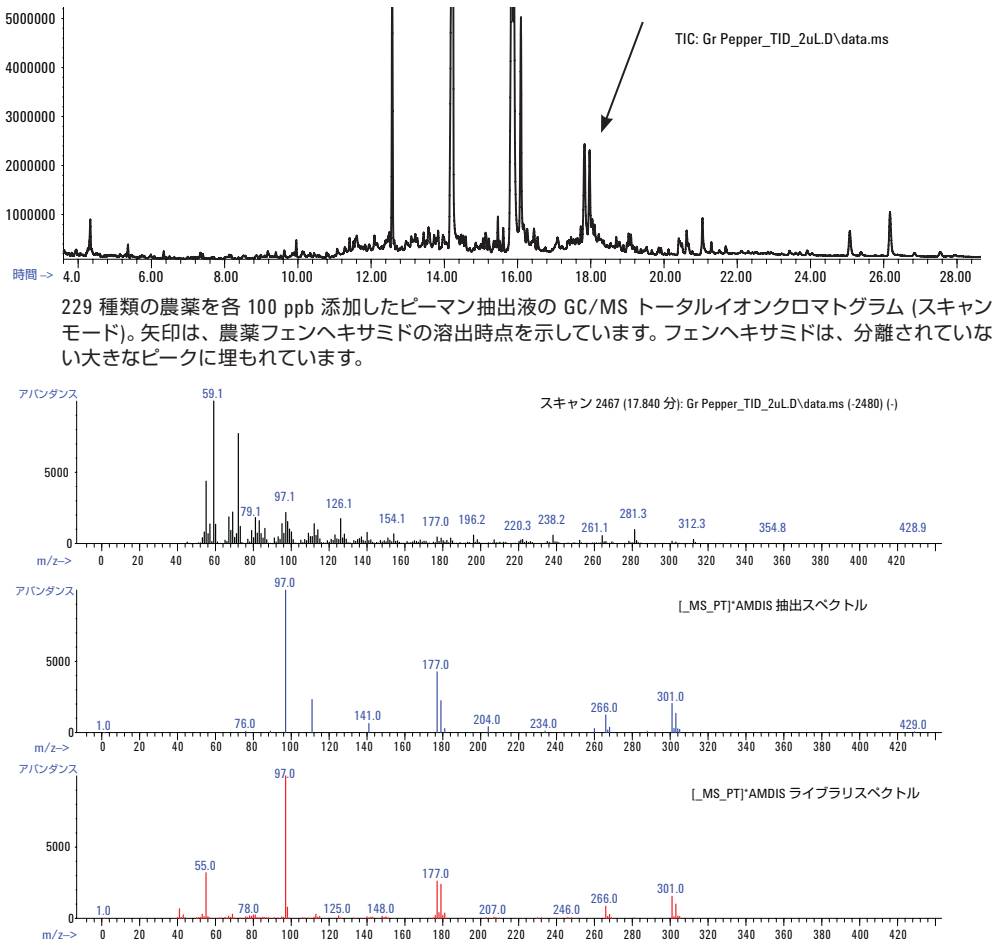
大量のデータを抱える現代のラボにとって、データのレビューと処理は効率化を行う上で大きな課題となっています。実際、1 つのデータファイルを検証および確認し、複雑なマトリックスからターゲット化合物を見つけだすまでには、経験豊富な科学者でも 1 時間以上もかかることがあります。

DRS の提供するツールは、これまでよりも迅速かつ正確に、より多くの化合物や汚染物質を見つけだすことを可能にします。

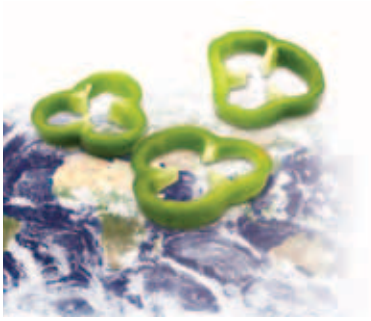
この自動レポート作成パッケージとリテンションタイムロッキングを組み合わせれば、迅速に化合物の定量やスクリーニングを完了することができます。このパッケージは、3 つの化合物同定プログラムを備えています :

1. **MSD ChemStation** – ロックしたリテンションタイムと 4 つのクォリファイアイオンをもとに、ターゲット化合物を同定および定量します。
2. **AMDIS 32** – デコンボリューションしたフルスペクトルをもとに、ターゲット化合物を同定し、リテンションタイムロッキングを用いて定量します。
3. **NIST ライブラリ** – デコンボリューションした AMDIS のフルスペクトルと、16 万 3000 種類を網羅するスペクトルライブラリを用いて、ターゲット化合物を確認します。

また、DRS では、これらのソフトウェアパッケージで得られた結果を、単一の見やすいレポートにまとめることができます。サンプルあたりの処理時間はわずか 2~3 分で、従来の GC/MS メソッドよりも信頼性の高い結果が得られます。



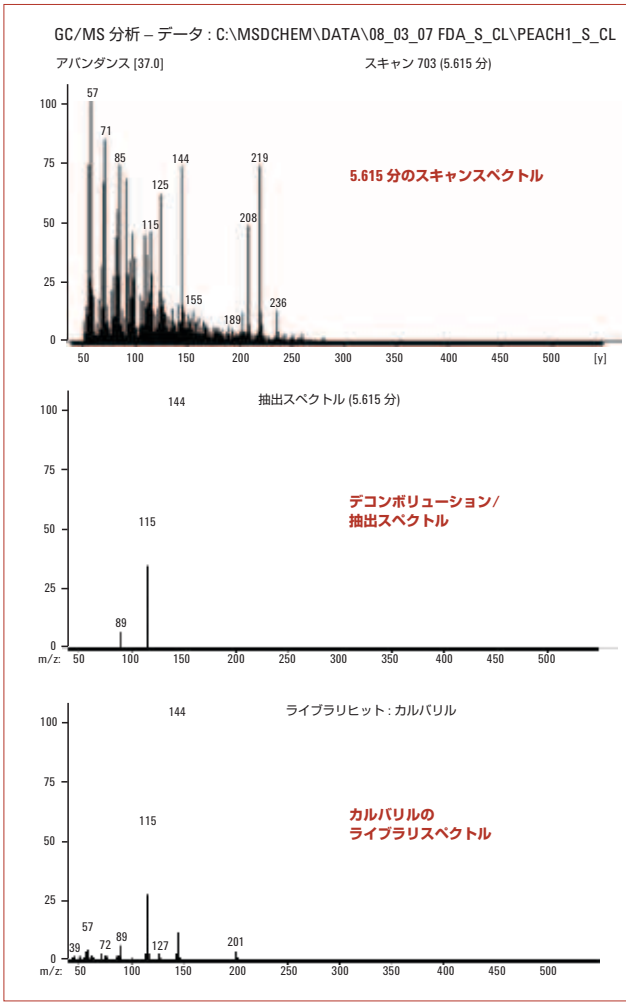
229 種類の農薬を各 100 ppb 添加したピーマン抽出液の GC/MS トータルイオンクロマトグラム (スキャンモード)。矢印は、農薬フェンヘキサミドの溶出時点を示しています。フェンヘキサミドは、分離されていない大きなピークに埋もれています。



この例では、ピーマン抽出液に 229 種類の農薬を添加しています。添加した農薬のうち、約 148 種類は GC/MS で分析できました。この抽出液のトータルイオンクロマトグラムを最上段に示します。次に 17.840 分におけるデコンボリューションしていないスペクトル (上) とデコンボリューションしたスペクトル (中) を示しています。デコンボリューションしたスペクトルは、フェンヘキサミンのライブラリスペクトル (下) と良好に一致しています。

桃に含まれるカルバリルの AMDIS 分析。デコンボリューションをおこなわない場合、ライブラリ検索に使用できるのは、一番上の TIC スペクトル (スキャン) のみです。このスペクトルでは、まったく役に立ちません。デコンボリューションしたスペクトルを示す中段のボックスや、ターゲット化合物のライブラリスペクトルを示す下段のボックスとは、明らかに異なります。

クロマトグラフィ分離が完全でなくても、デコンボリューションレポート作成ソフトウェアを備えたアジレントのシステムを使えば、クロマトグラフィの分析時間を短縮し、生産性を高めることができます。



AMDIS により得られた桃に含まれるカルバリルの未処理 (ダーティ) スペクトル、デコンボリューションした (クリーン) スペクトル、ライブラリスペクトル

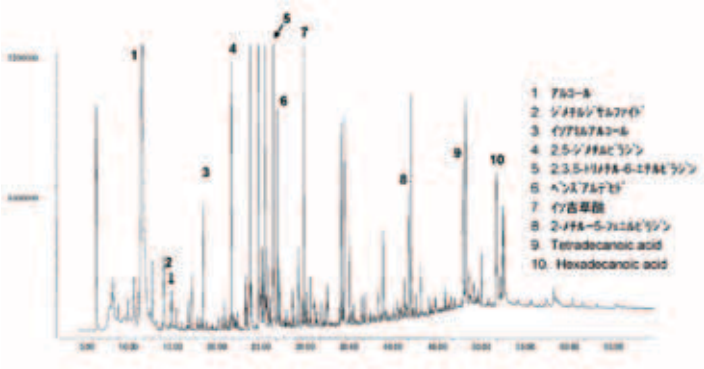
食品の香り分析

GC 用多機能オートサンプラ GERSTEL MPS2 は 1 台で様々なサンプル導入方法の自動化が実現できます。モジュラータイプの設計で、SPME ⇔ ヘッドスペース ⇔液体注入などの変更が簡単に行えます。また、1 つのバイアルサンプルからのマルチプル注入が可能です。ラボ分析のオートメーション化、ハイスループット化、ミニチュア化によるサンプル・溶媒使用量の低減などに貢献できます。

GERSTEL MPS2システムを搭載した
Agilent 5975C GC/MS システム

魚醤の分析例 (SBSE 法)

10 g SBSE 60 min



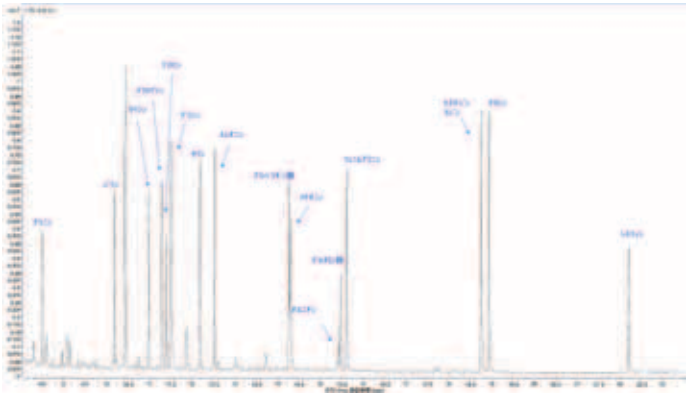
Fiehn メタボロミクスライブラリ

カリフォルニア大学デービス校メタボロミクス・ラボの Oliver Fiehn 教授が開発した GC/MS 用メタボロミクスライブラリです。メタボロミクス分野で有用な 1067 化合物のスペクトル、一般名、PubChem ナンバー、CAS ナンバーおよびライブラリ使用するための測定用メソッドが含まれます。測定メソッドは、初めて使用する研究者でも容易に使えるリテンションタイムロッキング (RTL) を採用しています。マニュアルには、GC/MS 分析に必要な誘導体化処理方法も記載されており、これから食品メタボロミクスを始める方にも最適です。

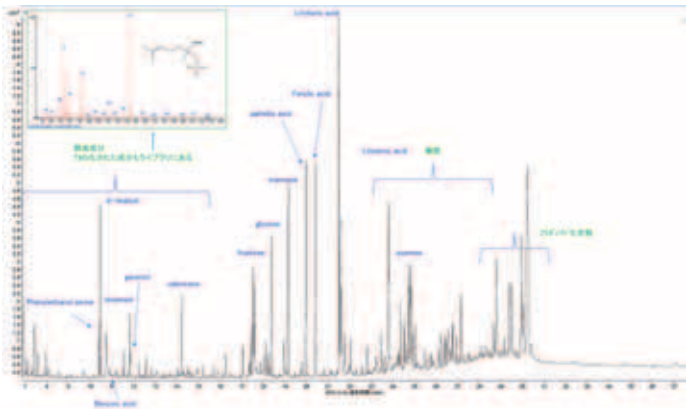
GC/MSによるアミノ酸分析

スキャン測定 (m/z 50-600)

注入法 : スプリット (10:1)
カラム : DB-5 ms 30 m,0.25 mm,0.25 µm + Duragard 10 m
オーブン温度 : 60 °C (1 min)-10 °C/min-325 °C (10 min)



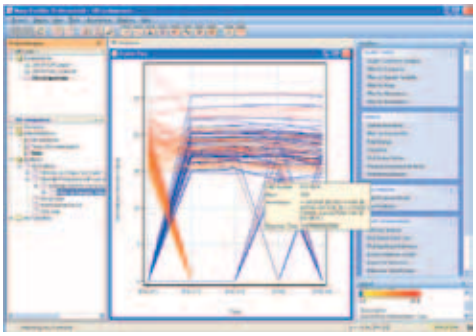
オレンジ抽出物の測定 (誘導体化あり)



GC/MS の新しい解析ツール

Agilent Mass Profiler Professional (MPP)

充実した多変量解析機能を搭載した MS 用解析ソフトウェアです。定量ピークだけでなく、微小ピークの抽出機能で検出された膨大なピークを解析を実現しました。品質管理や食品メタボロミクス研究をはじめ、産地判別、異臭、劣化指標探索、不純物解析、マーカー・未知物質探索などに威力を発揮します。

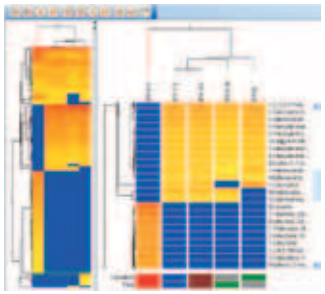


Agilent Mass Profiler Professional ソフトウェア (MPP)

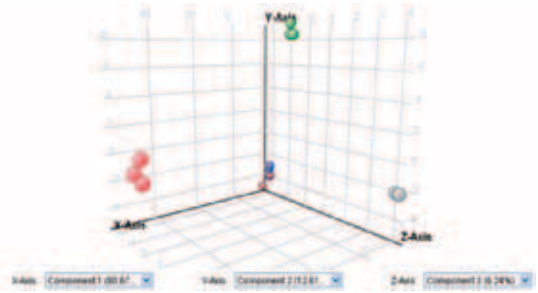
MPPの適用分野例

・化成品の材料評価 (劣化指標探索、機能性評価、不純物解析等)
・食品開発･品質管理･品質保証など (機能性評価、ブランド判別、異臭等)
・環境分析 (経時変化、地理的傾向の研究等)
・法医学、毒物学
・石油代替燃料探索
・メタボロミクスなどのバイオマーカー・未知物質探索
(パスウェイ解析はオプション)

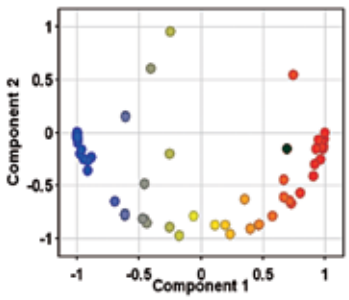
MPP の主な多変量解析 (ケモメトリックス) ツール



階層型クラスタツリー



主成分分析スコアプロット

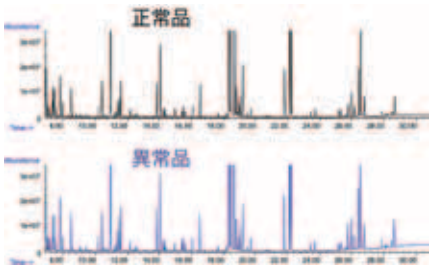


主成分分析ローディングプロット

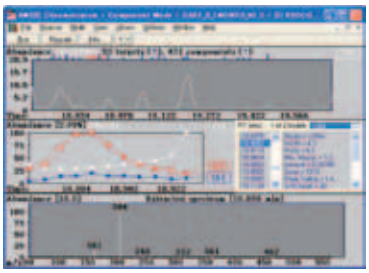
※ MPP はこの他にも未知サンプルの判別分析、IDbrowser によるライブラリサーチも可能です。

MPP の活用例 : Volcano Plot による 2 サンプル間の違いを視覚化

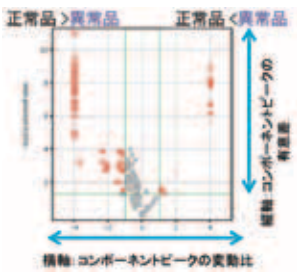
(クレーム品の“原因ピーク特定”など、2 群間のクロマトグラムの比較に威力を発揮します)



GC/MSD のトータルイオン
クロマトグラム (TIC)



AMDIS によるコンポーネント抽出



Volcano Plot サンプル間で
差のあるピークを抽出

液体クロマトグラフィ

化学アプリケーションと生物学アプリケーションをスムーズに実施

マイコトキシン、魚介毒、アレルゲンなどの分析に HPLC 技術を使用する場合は、正確なリテンションタイムと高い定量精度が求められます。Agilent LC システムは、実際のサンプルの分析で信頼性の高いデータを得られるように設計されています。圧力や流速、カラムサイズ、粒子径などの要素に信頼性を左右されることはありません。

Agilent LC システムは、ルーチン分析に用いる汎用の LC システムでも、高度な機能を備えた高分離能 LC/MS システムでも、究極の分離能と感度を実現し、分離効率を向上します。また、システム間のメソッド変換も容易です。

Agilent 1290 Infinity LC : 世界最高レベルの UHPLC
カラムサイズや粒子径、移動相や固定相、流速、圧力の制約がなくなります。Agilent 1290 Infinity LC は、アジレント製や他社製の UHPLC および HPLC システムの間でメソッドを変換するためのベースシステムとなります。バイナリポンプ、アクティブダンピング、ダイオードアレイ検出器といった高性能の機器により、信頼性を提供します。

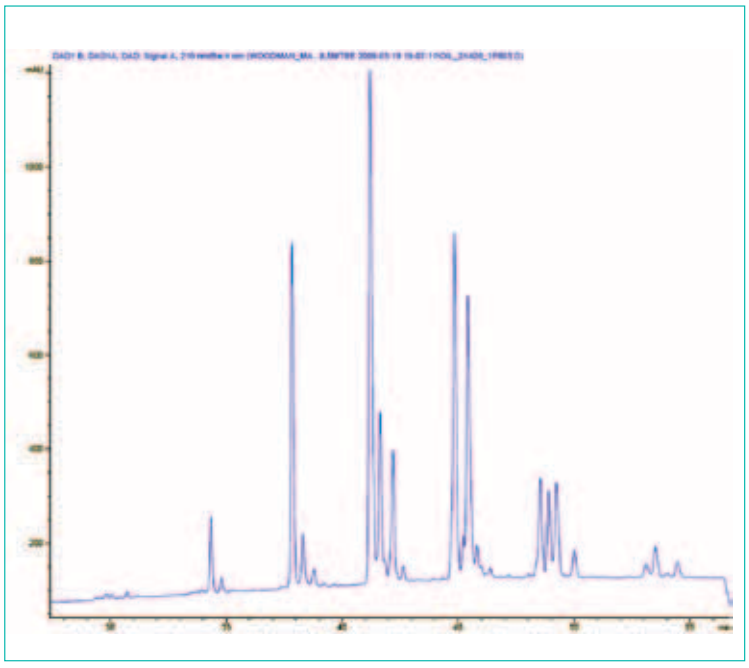
Agilent 1260 Infinity LC : 信頼性に優れた汎用 UHPLC
60 MPa (600 bar) のパワーレンジ、高速 80Hz サンプリングレートと最高 10 倍の感度を持つ検出器により、分析用 HPLC の新スタンダードを打ち立てます。HPLC と UHPLC にも完璧に対応しています。

Agilent 1220 Infinity LC : コストパフォーマンスに優れた一体型 HPLC
60 MPa (600 bar) のパワーレンジと 80 Hz の検出器スピードを備えた Agilent 1220 Infinity LC は、HPLC の価格で UHPLC の機能を提供します。堅牢で使いやすい一体型のデザインで、HPLC と UHPLC に低価格で完璧に対応しています。

Agilent 1220 Infinity LC

Agilent 1260 Infinity LC

Agilent 1290 Infinity LC

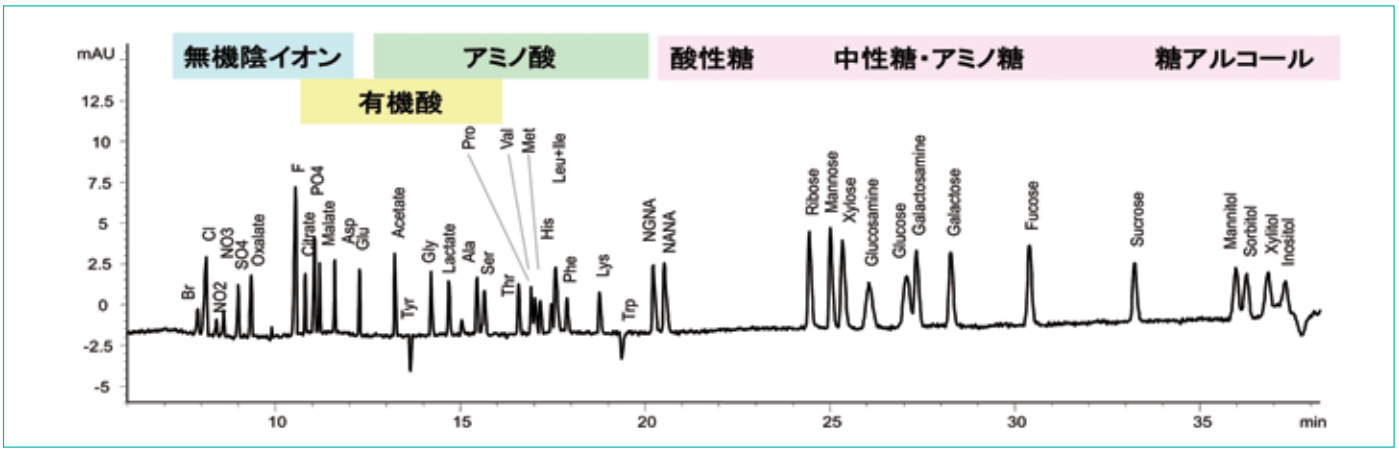


1290 Infinity LC を用いた大豆トリグリセリドの分析。低流速でも高い分離能を実現できるため、高分解能 TOF および QTOF 質量分析計に簡単に連結し、信頼性の高いピーク同定をおこない、組成データを得ることが可能です。サンプル : 大豆油、10 mg/mL、オンカラム 30 µg。条件 : 0.29 mL/min、42 分で10 %～40 % MTBE vs. ACN、55 分維持、分析 60 分、210 nm UV。ZORBAX RRHD StableBond C18、2.1 mm – 400 mm (150 mm x 2 本、100 mm x 1 本を連結)、1.8 µm、20 °C。圧力 730 bar。

キャピラリー電気泳動 (CE) による食品分析ソリューション

Agilent 7100 CE は、食品中のイオン性物質 (有機酸等) や機能性成分 (GABA 等) の分析など、キャピラリー電気泳動法の高速高分離能を生かした分析に最適です。複雑な前処理も不要で、簡便かつ迅速な測定を実現します。

Agilent 7100 CE システム

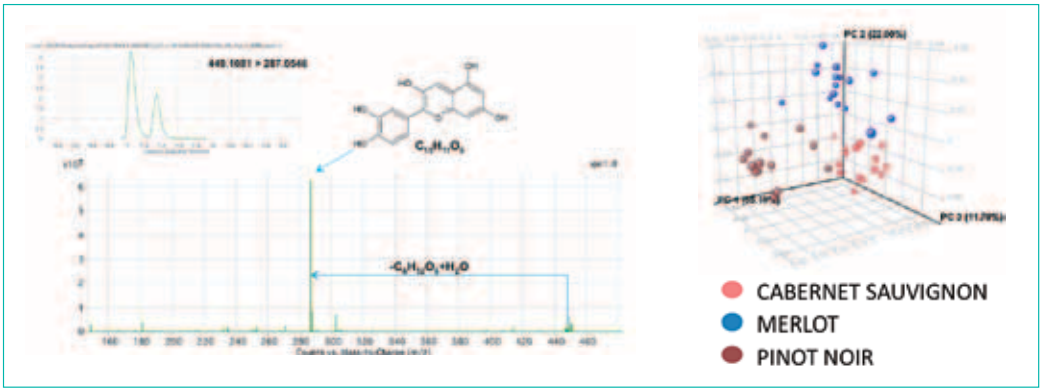


無機陰イオン・有機酸・アミノ酸・糖類 43 成分を 38 分で一斉分析!

LC/MS および CE/MS の多変量解析・メタボロミクスソリューション

Agilent LC/MS ファミリーおよび CE/MS は、高速高分離能を有し、多変量解析ソフトウェアやサードパーティのソリューションと組み合わせることにより、機能性成分の探索やメタボロミクスに有用です。

ワインからアントシアニン配糖体の同定とワインの分類例 (1290 UHPLC/6540 Q-TOF)



アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

LC/MS

検出、定量、ターゲット化合物分析で優れた信頼性

クラス最高の LC テクノロジー、優れた MS スペクトル精度、スペクトルライブラリなしで組成式を特定できる TOF-MS システムを備えたアジレントの LC/MS 製品は、条件の厳しい定性や定量の難問を解決できるように設計されています。さらに強力なデータ解析ツールと生産性を向上させる機能を有しています。

- **Jet Stream テクノロジー**により、エレクトロスプレー液滴の空間的なフォーカシングを向上し、LC/MS および LC/MS/MS 感度を 5 倍に高めます。
- **広い質量範囲にわたってイオンの生成および通過を最大限に高めることで、**幅広い種類のサンプルで優れた検出下限と定量性能を実現します。
- **自動メソッド開発および最適化 :** MassHunter Optimizer ソフトウェアにより、各化合物に最適なトランジションを自動的に見つけだし、最適なフラグメンタ電圧とコリジョンエネルギーを決定します。

Agilent 6100 シリーズシングル四重極 LC/MS :
毎日の分析で定評のある性能と信頼性を提供

ルーチン QC にも研究レベルのアプリケーションにも対応する Agilent 6100 シリーズシングル四重極 LC/MS は、質量分析のスピード、感度、選択性、情報量をコンパクトなパッケージに収めました。

アジレントの LC/MS ファミリー

Agilent 6400 シリーズトリプル四重極 LC/MS
優れた感度により分析結果を向上

6400 シリーズ LC/MS/MS は、微量分析において卓越した感度を実現します。革新的なダイナミック MRM 取り込みモードを備えているので、タイムセグメントを手動で設定しなくても、最高 4000 の化合物を定量できます。

さらに、イオンファネルテクノロジーと Jet Stream テクノロジーという最新技術を搭載した 6490 は感度を最大限に高め、トリプル四重極 MRM 測定における感度を 10 倍以上改善し、世界初のゼプトモルをルーチンに検出する性能を提供します。

Agilent 6200 シリーズ Accurate-Mass TOF :
発見を支援する超高精度の威力

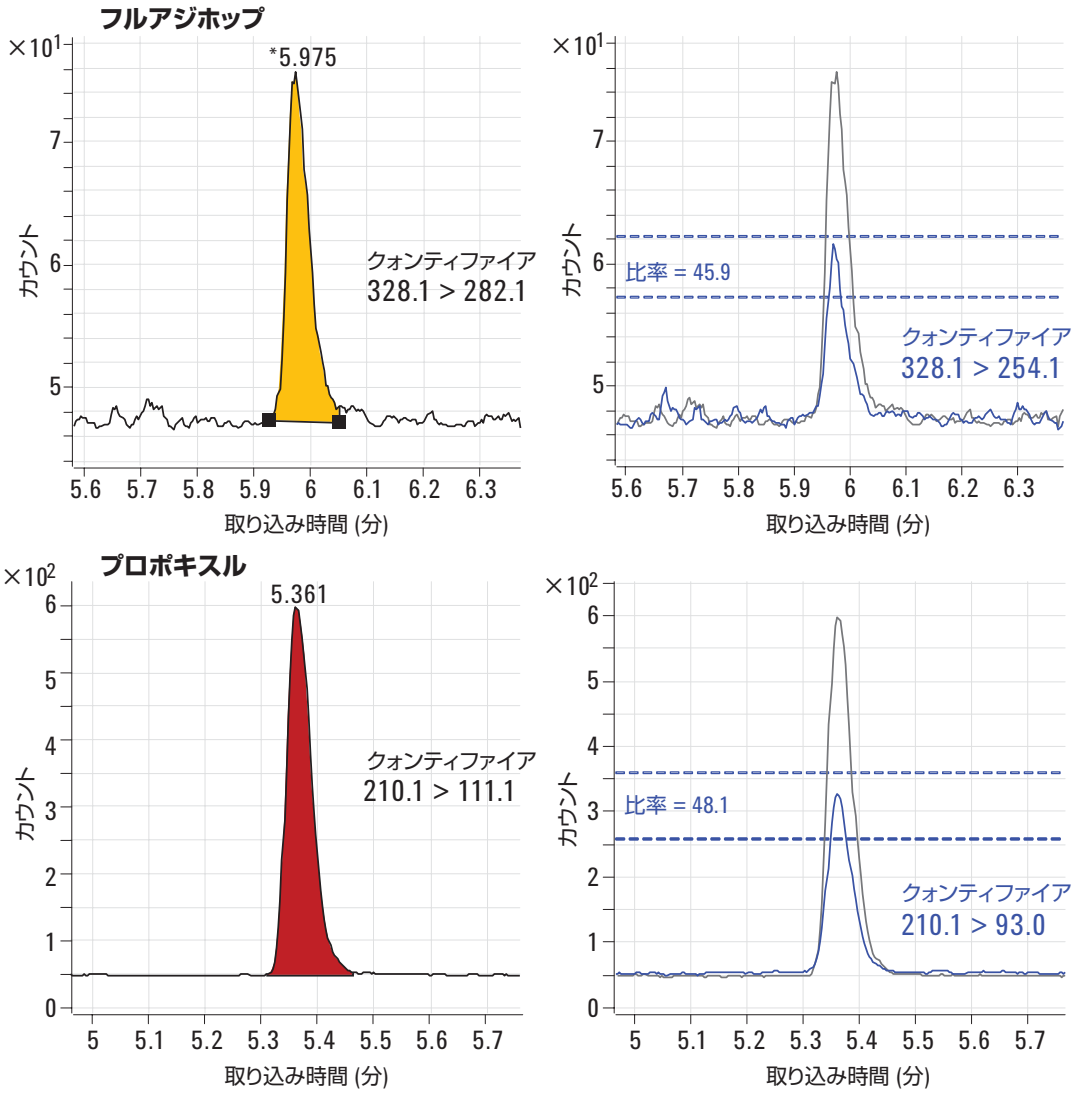
Agilent 6200 シリーズ Accurate-Mass 飛行時間型 (TOF) LC/MS システムは、超高速 UHPLC 分離に必要なスピードと、分析の難しいサンプルから重要なデータを引き出すのに必要な MS および MS/MS 性能を兼ね備えています。**サブ ppm の質量精度**などの特長により、偽陽性の生じる可能性を低減すると同時に、最高 **20,000** という分解能により、分析対象化合物を干渉から分離します。

Agilent 6500 シリーズ Accurate-Mass Q-TOF :
確実な構造解析とターゲット同定

サブ ppm の質量精度と超高分解能を備えた Agilent 6500 シリーズ Accurate-Mass Q-TOF システムは、不確実性を低減し、偽陽性の生じる可能性を最小限に抑えます。また、データベース検索の能力と信頼性を向上し、未知化合物の構造推定を可能にします。最高 **40,000** という優れた分解能により、分析対象化合物の質量ピークを確実に検出します。また、最大 5 桁のインスペクトルダイナミックレンジにより、他の化合物が高濃度で存在する場合にも微量化合物を検出します。

さらに、シリーズ最高峰の 6550 Q-TOFは、Dual iFunnel Technology を搭載し、より感度良く高質量精度での測定を実現します。MS 用多変量解析ソフトウェア Mass Profiler Professional と組み合わせることにより、農薬などの食品安全、メタボロミクスといった食品開発のアプリケーションまで、幅広い食品分析への適用が可能です。

以下のクロマトグラムは、アジレント UHPLC/MS シリーズの優れた性能により、困難なマトリックスに含まれる汚染物質の分析が向上することを示しています。



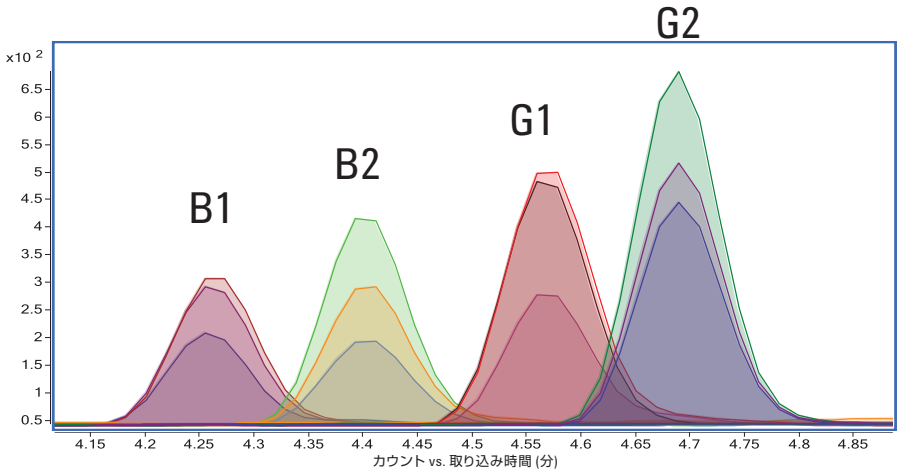
このアプリケーションは、添加ベビーフードサンプルに含まれるフルアジホップとプロポキスルのクォンティファイアおよびクォリファイアのトランジションシグナルを示しています。これらの測定結果から優れた選択性と感度が得られていることがわかります。また、クォンティファイアトランジションとクォリファイアトランジションの相対レスポンスは、確実な同定をおこなうための許容範囲内です。

アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

最先端アプリケーションに伴う定量および確認のニーズに応えます。

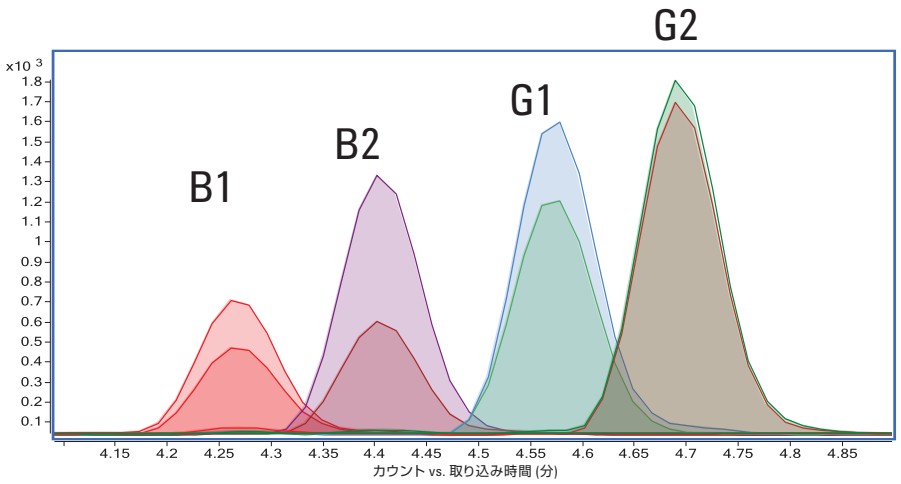
アフラトキシン

EIC の重ね表示
定量イオン & 2 x クォリファイア
(1 ppb)



同位体標識したアフラトキシン

EIC の重ね表示
クォンティファイアイオン &
クォリファイアイオン
(2.5 ppb)



アフラトキシンは、菌類の Aspergillus flavus および Aspergillus parasiticus の代謝物として生成される発癌性のマイコトキシンです。穀類やナッツ類、香料などのカビに汚染された食品から検出されます。

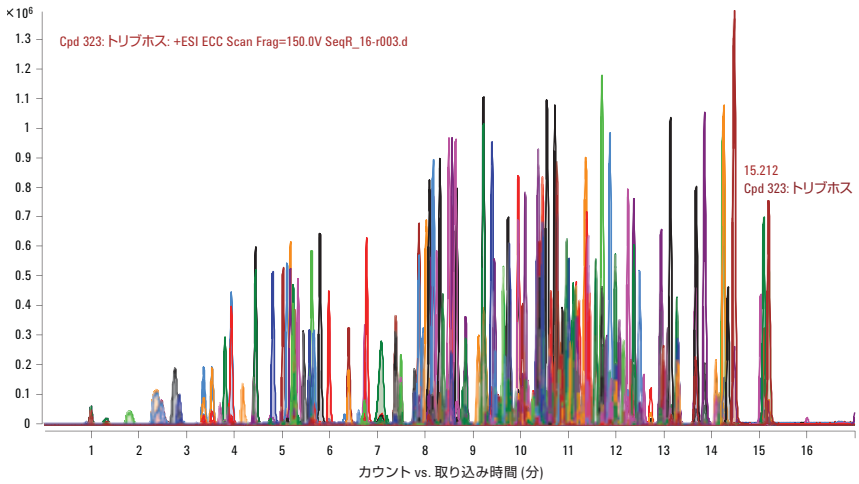
従来のアフラトキシン分析テクニックは、確認が十分でない場合もありました。それに対して、Agilent LC/MS/MS システムでは、複数のイオンを用いて、定量と確認を同時におこなうことができます。

上の 2 つの図は、高性能なアジレントの LC/MS/MS システムのアプリケーションです。上図は濃度 1 ppb のアフラトキシン B_1、B_2、G_1、G_2 を含む抽出液を、下図は濃度 2.5 ppb の同位体標識内部標準を含む抽出液を示しています。すべての化合物確認イオンを示しています。いずれも LOD が 140 ng/g 未満 (オンカラムで 530 fg 未満) です。

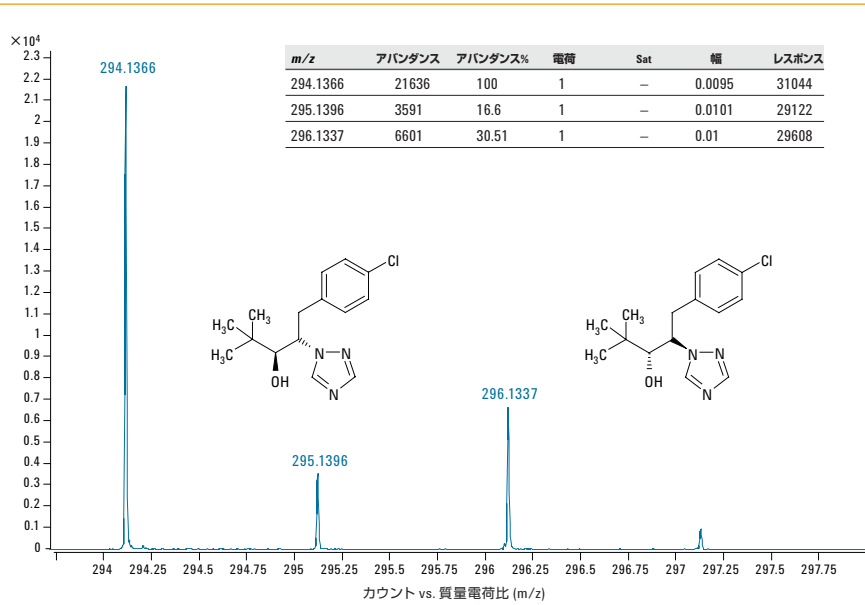
未知化合物のスクリーニングと確認における Q-TOF の威力。

このアプリケーションでは、イチゴ抽出液に農薬の混合物を添加し、Agilent 1200 シリーズ Infinity LC と 6500 シリーズ Q-TOF を用いて分析しています。

「分子式による化合物検出」エクストラクターとデータベース検索を組み合わせた手法で検出された、200 種類を超える農薬の標準物質の EIC。この高感度の構成は、複数残留農薬分析の厳しい要件を満たしています。



農薬 200 種類の抽出化合物のクロマトグラム (MFE で検出した化合物)



m/z	アバンダンス	アバンダンス%	電荷	Sat	幅	レスポンス
294.1366	21636	100	1	–	0.0095	31044
295.1396	3591	16.6	1	–	0.0101	29122
296.1337	6601	30.51	1	–	0.01	29608

Agilent 1290 Infinity LC と Agilent 6540 Q-TOF を用いた 3 分間分析のデータから得られた質量スペクトル例。毎秒 10 スペクトルで優れた質量分解能が得られています。

アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

無機分析 (AA、MP-AES、ICP-OES、ICP-MS)

それぞれのワークフローや分析ニーズにフィットする業界最高の技術

金属は人間の栄養素として必要ですが、なかには毒性のきわめて高いものもあります。こうした理由に加えて、食品の産地や信頼性を確認するという理由からも、微量金属は食品生産のほぼすべての段階でモニタリングされています。

通常、食品中の微量金属の分析には、幅広い元素や濃度、食品の種類に対応する複数のテクニックが必要とされます。こうしたアプローチは、時間と費用がかかります。

ICP-MS では、多数のサンプルを迅速にスクリーニングし、毒性金属の総量を測定することができます。重要な化学形態 (化学種) を持つ金属が規定値以上含まれることが判明したサンプルについては、アジレントのサポートする LC-ICP-MS や GC-ICP-MS といったスペシエーションテクニックを用いて、さらなる詳細な分析を実施することができます。

アジレントは充実した装置ラインナップにより、原子分光装置を用いた食品分析をサポートします。

- **原子吸光分光分析法 (AA)。**優れたフレーム、グラファイトファーネス、水素化物発生装置により、ラボの分析ニーズに細かく対応します。
- **マイクロ波プラズマ原子発光分光分析法 (MP-AES)。**窒素ガスによるマイクロ波プラズマをつかった装置です。空気を使うため、ランニングコストを大幅に低減できます。
- **誘導結合プラズマ発光分光分析法 (ICP-OES)。**ラジアルおよびアキシャルプラズマ観測、単一視点からの同時波長測定により、ダイナミックレンジを広げ、干渉を低減します。
- **誘導結合プラズマ質量分析法 (ICP-MS)。**高マトリックス耐性、9 桁のダイナミックレジ、He モードコリジョン / リアクションセルにより、あらゆるサンプルで信頼性の高い干渉除去を実現します。

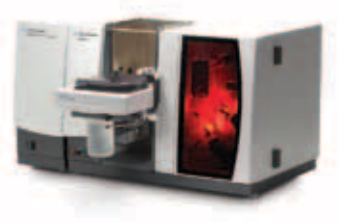
堅牢性と信頼性に優れた無機分析装置を一社からお届けします。

Agilent 7700 シリーズ ICP-MS は、高マトリックスサンプル分析における比類のない精度を備えています。第 3 世代のセル設計 (ORS^3) により、He モードのセル性能が向上しています。

ほぼすべての元素に対応し、広いダイナミックレンジを備えた 7700 の He モードは、食品や関連サンプルに含まれる微量元素の分析において、最高の精度と生産性を実現します。

Agilent 700 シリーズ ICP-OES は、最高の性能、スピード、フレキシビリティを備えています。

アキシャル観測型の 720/730 は、微量アプリケーションの感度が優れています。MultiCal を使えば、主要元素の精密定量を同時に実行できます。食品サンプルや農業サンプルに含まれる主要元素、微量元素、毒性元素の測定に求められるダイナミックレンジを備えています。



Agilent 240FS/280FS AA、GTA 120 搭載

グラファイトファーネスは、きわめて低い検出下限 (低 ppb または ppt) の測定に対応できるように設計されています。このシステムは、分析対象物の必要量が少ない場合や、使用できるサンプル量がきわめて少ない場合に最適です。

Agilent 4100 MP-AES は、まったく新しい方式を用いた装置です。優れた感度、ppb レベルの検出下限、フレーム原子吸光を超える分析速度を備えています。さらに窒素ガス発生装置によって空気から生成する窒素を使うことができるため、ランニングコストを劇的に削減することが可能です。

ファーストシーケンシャル AA を用いた NIST 8435 全脂粉乳の分析結果

	認証値	ファーストシーケンシャル AA	精度 %	通常の AA
Ca %	0.922 +/- 0.049	0.914	0.8	0.916
Mg/Kg	814 +/- 76	820	0.7	812
K %	1.363 +/- 0.047	1.364	1.0	1.351
Na %	0.356 +/- 0.040	0.366	0.8	0.372
	n = 10 サンプル			

ミルクサンプルに含まれる主要元素と毒性元素の正確な測定は、公衆衛生を守るうえで欠かせません。この例では、トリクロロ酢酸溶液による前処理後に、ファーストシーケンシャル AA を用いて NIST 8435 全脂粉乳サンプルを分析しています。分析結果は認証値と良好に一致し、従来の AA と比べて分析時間が 30 % も短縮されています。

ICP-OES を用いた肥料サンプルの分析結果

サンプルラベル **単位**	**As 188.980** **mg/kg**	**期待値** **mg/kg**	**Ca 370.602** **%**	**期待値** **%**	**Cd 214.439** **mg/kg**	**期待値** **mg/kg**	**Cr 267.716** **mg/kg**	**期待値**
汚泥 B	141	141	0.0233	0.0242	0.64	NA	110	111
Magruder 4B	2.05	1.75	2.71	2.48	12.31	NA	125.2	132.6
Magruder 6B	5.75	5.66	4.93	5.94	1.51	NA	50.88	51.08
サンプルラベル **単位**	**Cu 327.395** **%**	**期待値** **%**	**Fe 261.382** **%**	**期待値** **%**	**K_2O 404.721** **%**	**期待値** **% K_2O**	**Mg 279.078** **%**	**期待値** **%**
汚泥 B	0.0407	0.0398	0.012	0.014	NA	NA	12.6	12.2
Magruder 4B	0.0461	0.0307	0.350	0.400	11.02	10.54	1.62	1.64
Magruder 6B	1.010	0.976	0.500	0.500	21.37	20.54	0.53	0.62
サンプルラベル **単位**	**Mn 294.921** **%**	**期待値** **%**	**Na 589.592** **%**	**期待値** **%**	**P 214.914** **% P_2O_5**	**期待値** **% P_2O_5**		
汚泥 B	0.51	0.48	0.94	0.94	0.51	0.50		
Magruder 4B	0.036	0.039	0.31	0.29	8.1	9.1		
Magruder 6B	0.014	0.015	0.57	0.58	9.1	9.9		
サンプルラベル **単位**	**Pb 220.353** **mg/kg**	**期待値** **mg/kg**	**Se 196.026** **mg/kg**	**期待値** **mg/kg**	**Zn 213.857** **%**	**期待値** **%**		
汚泥 B	6.8	5.7	NA	NA	0.0244	0.0249		
Magruder 4B	1.16	2.18	0.43	0.44	0.043	0.048		
Magruder 6B	1.88	2.15	0.13	0.12	0.003	0.003		

肥料は窒素 (N) やリン (P_2O_5)、カリウム (K_2O) といった必須栄養素の供給源で、穀物生産量の維持において重要な役割を果たしています。

この表は、マイクロ波分解/抽出による前処理を施した肥料サンプルを、同時 ICP-OES により分析し、主要栄養素、二次栄養素、微量栄養素を測定した結果をまとめたものです。マイクロ波と ICP-OES テクニックの組み合わせにより、高速で簡単なサンプル前処理と分析が実現しています。1 つの分析システムだけで、分析対象の全元素を測定できます。

アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

ICP-MS を用いた産地判別アプリケーション

Agilent 7700 シリーズ ICP-MS は、最適なハードウェア設計をされた He モードの効果的な多原子イオン干渉除去機構により、複雑なマトリクス試料でも、従来の ICP-MS でしばしば問題になっていた多原子イオン干渉が大幅に低減できています。また、定量分析の際、半定量も同時に行う QuickScan という独特な機能があります。7700 ICP-MS の He モードを使用して得られた信頼性の高い全質量スペクトルデータは、MPP の分析に最適です。

MPP で提供されるさまざまな統計ツールを適用すると、生データのみからは簡単に識別できない予想外の関係やトレンドが明らかになる場合があります。例えば、食品の産地判別や、部品の良品不良品の判別などがあります。

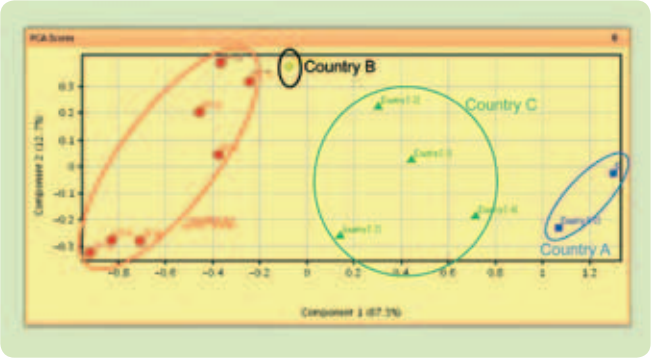


図 1. 異なる国から採取した米サンプルの PCA スコアプロット

図 1 と図 2 は、異なる国から採取した米サンプルの ICP-MS による半定量分析結果を基に、2 つの異なる MPP の解釈手法を示しています。図 1 は PCA のスコアプロットで、日本 (Japan) の米サンプルは、Country A および Country C のサンプルと容易に区別できていることがわかります。また、Country B の米サンプルは、Japan サンプルの米と PCA スコアが極めて似ています。この関係は、図 2 のクラスタ分析 (階層プロット) でも確認されています。クラスタ分析はサンプルの素性が全くわからない場合でも、MPP が各サンプルの元素濃度より、類似性のあるサンプルを階層毎に分類しますので、未知サンプル試料のグループ分けをすることが可能になります。この図では、Country B サンプルは、Japan サンプルと同じグループに分類されています。Country C-4 サンプルも PCA プロットに示されている関係からわかるように、Country A サンプルと同じグループに分類されています。

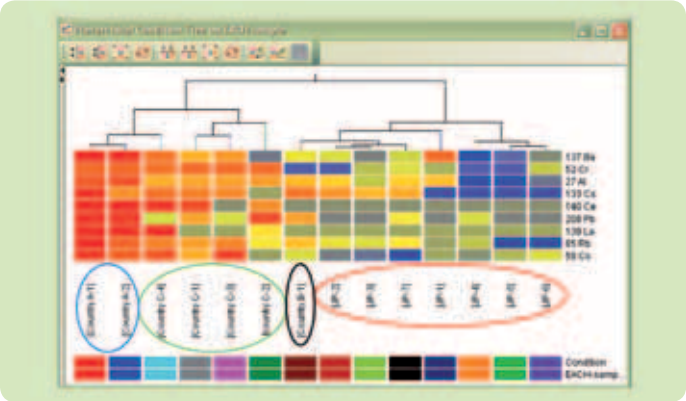


図 2. MPP クラスタ分析 (元素組成の類似性のレベルに基づいて分類)

MPP および ICP-MS データ

複雑なマトリクス試料でも、7700 シリーズ ICP-MS の He モードは優れた多原子イオン干渉除去能力を有するため、信頼性のある結果が得られます。全質量数スペクトル分析による半定量結果 (定量結果も含む) と MPP とを組み合わせることにより、分析時間は極めて短時間で、しかも複雑な多元素情報の解釈を統計解析に基づいて、簡単な操作で視覚的にわかりやすい形でサンプル間の関係を把握することができます。

大量の食品サンプルを迅速に分析したいというニーズにお応えします。

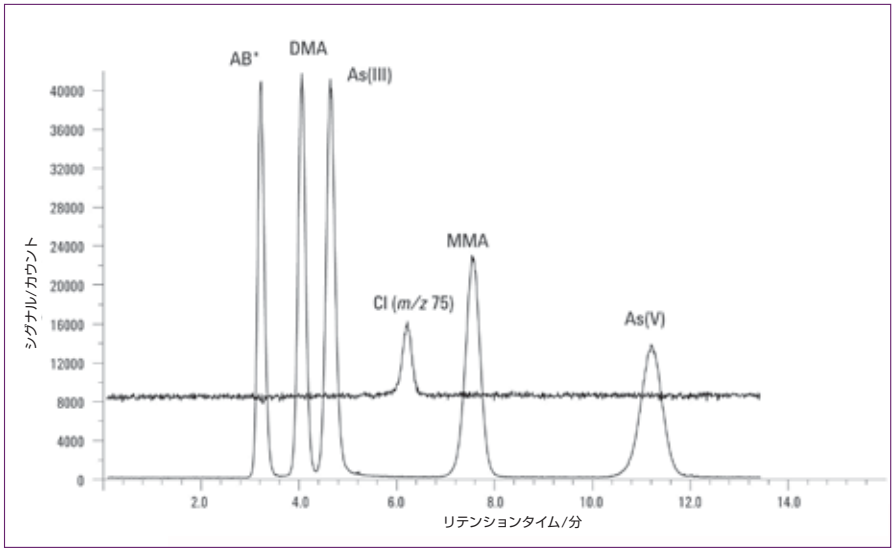
誘導結合プラズマ質量分析 (ICP-MS) を導入すれば、食品中の元素成分の測定が飛躍的に前進します。ICP-MS は、グラファイトファーネス原子吸光分光光度計 (GFAAS) などのスピードの遅い単一元素分析テクニックで見られる欠点を解消し、微量レベルの複数元素の高速分析を可能にします。

優れたマトリックス耐性、9 桁のダイナミックレンジ、He セルモードでの信頼性の高い干渉除去機能を備えた Agilent 7700 シリーズ ICP-MS は、サンプルマトリックスにかかわらず、食品に含まれるあらゆる規制対象元素の正確な測定を可能にします。

また、Agilent LC および GC システムと簡単に連結し、食品中 As、Sn、Hg といった毒性元素のモニタリングなど、高性能のスペシエーションアプリケーションを実行可能です。

LC-ICP-MS を用いた As スペシエーション

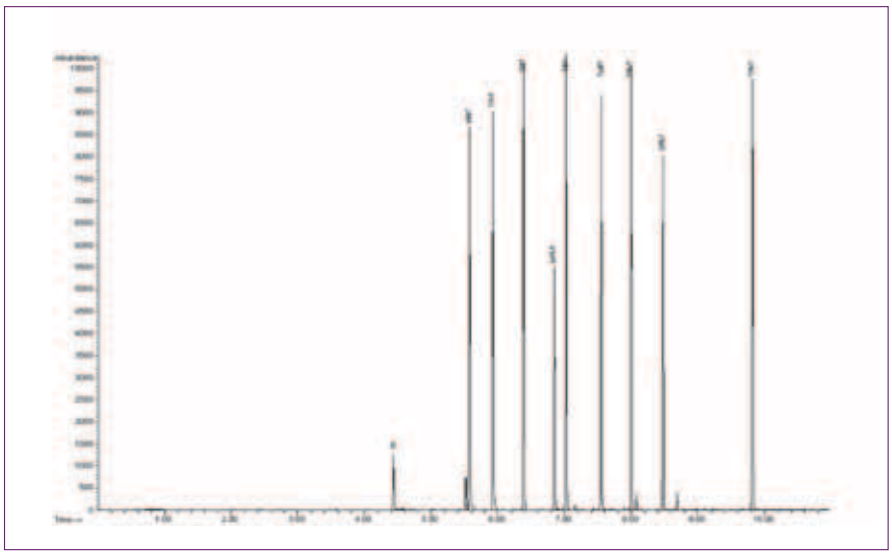
この分析では、HPLC-ICP-MS を用いて As の毒性のある無機種 (As(III) および As(V)) と、毒性の低い有機種を分離しています。ヒトの尿に含まれる 5 種類の化学種の分離が、12 分以内に完了しています。このメソッドは堅牢性が高いので、未希釈尿サンプルの分析にも適用できます。各ヒ素種の検出下限は 0.1 µg/L 未満です。



GC-ICP-MS を用いた Sn スペシエーション

このクロマトグラムは、各化合物 20 ng/mL (ppb) を含む有機スズ標準混合物の分析結果を示しています。溶出順序は、Sn、MBT、TPrT、DBT、MPhT、TBT、TeBT、TPeT、DPhT、TPhT です。

GC-ICP-MS による Sn および Hg 化合物の測定では、化学種特異的同位体希釈 (SS-IDMS) を活用することができます。SS-IDMS は、外部較正よりも確実性が高く、抽出や誘導体化の差異の化合物のロスも生じません。



アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

分子分光法

多様化する食品分析ニーズに対応する充実の製品群

アジレントにバリアンが加わったことで、アジレントの製品とソリューションの可能性が広がりました。困難なマトリックスに含まれるターゲット分子や未知分子の同定および確認についても、新たなテクニックを提供します。

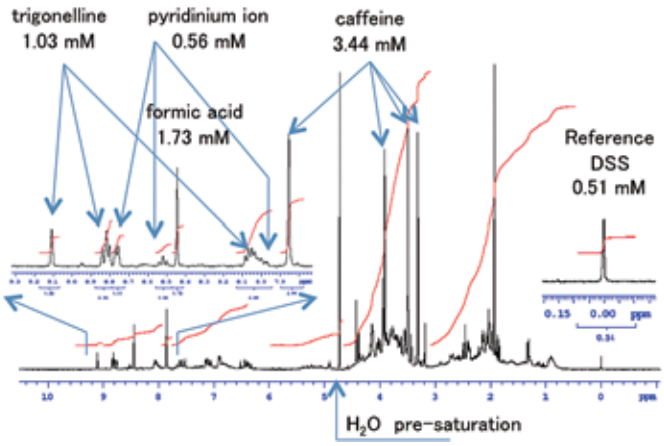
- **核磁気共鳴分光法 (NMR)**：分子の立体構造を解明することで、スクリーニングやキャラクタライゼーションを新たな水準に引き上げます。
- **蛍光分光法**：試料に紫外・可視光を照射して電子を励起し、励起状態から基底状態へ戻る際に放射される光を検出することで発光スペクトルを取得します。得られたスペクトルから、成分の定量分析を行います。
- **フーリエ変換赤外分光法**：試料に赤外線を照射して、透過または反射した光を検出することで赤外スペクトルを取得します。得られたスペクトルから、成分の同定や定量分析を行います。
- **紫外・可視分光法**：試料に紫外・可視光を照射し、電子が励起される際に吸収される吸光スペクトルを取得します。得られたスペクトルより、成分の定量分析を行います。

NMR：優れた定量分析機能

NMR は分子の立体構造を決定できるだけでなく、単一の標準物質ですべての混合物を定量できる唯一の分光法です。

定量できる例として、ドリップしたコーヒーのサンプルを示します。コーヒー 3.8 mL に 0.2 mL の DSS (5.3mM/D2O) を加え、サンプルチューブに 0.6 mL とって 30 °C で測定しました。観測時間は約 5 分です。0 ppm に現れるのが 9 個のプロトンを持つ DSS のシグナルで、その積分強度はプロトン 1 個分に換算して 0.51 mM に相当します。スペクトルの低磁場部分は良く分離しており、それぞれの積分強度から直接濃度を知ることができます。例えばカフェインに由来する 7.8 ppm 近辺の濃度は 3.44 mM、ピリジニウムイオンに由来する 8.5 ppm 付近の 3 重線の濃度は 0.56 mM と決定できます。

400-MR は、信頼性の高い NMR 測定が省スペースで可能です。

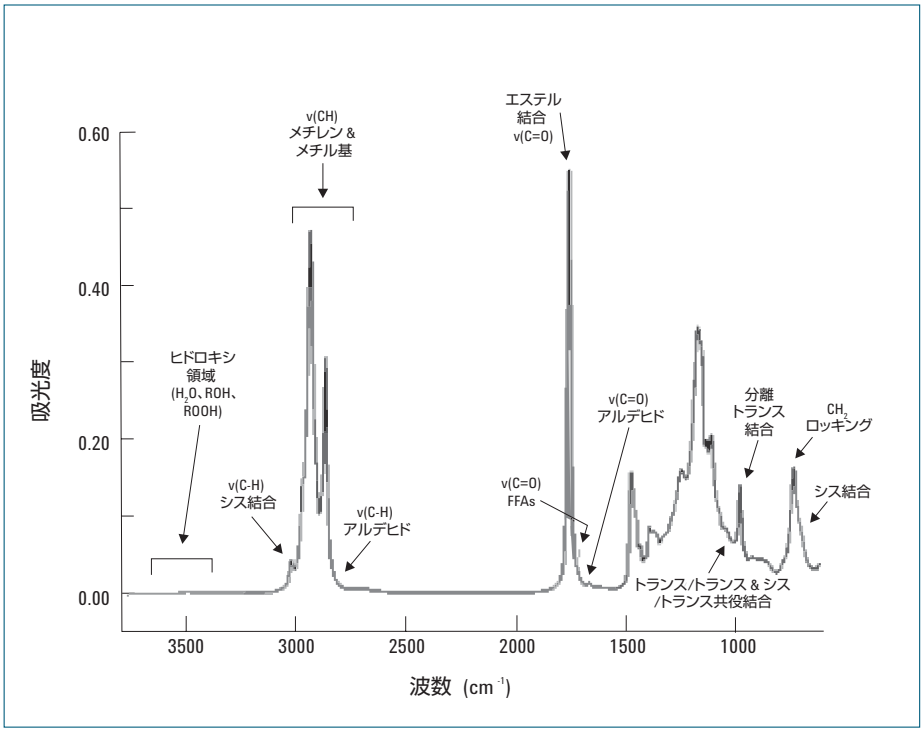


Coffee + 5 % D2O + DSS
Agilent 400-MR (400MHz)
Presat-Noesy 1st increment
2.5 sec. acq. 2 sec. Pre-saturation　64 transients (5 min.)
by oneNMR probe

フーリエ変換赤外分光法：
さまざまな条件下で優れた分析性能を実現

最高のスピードと性能を誇るフーリエ変換赤外分光光度計 (FTIR) です。また、操作性と柔軟性の高いソフトウェアが、データ取得から各種データ処理までを強力にサポートします。これにより、これまで以上に多くの試料を、より迅速に、より明確に分析できるようになりました。

赤外分光法は、世界中の食品、動物飼料、ペットフード、栄養などの産業において、成分の同定や定量分析に欠かすことのできない手法です。汎用性の高い高性能の Cary 600 FTIR シリーズ分光光度計および顕微鏡は、食品/飲料、香料、食品包装材、食品媒介病原菌、食用油、食品汚染物質/混入物、発酵制御、ビタミン、食品添加物、栄養サプリメントなどのアプリケーションに最適です。

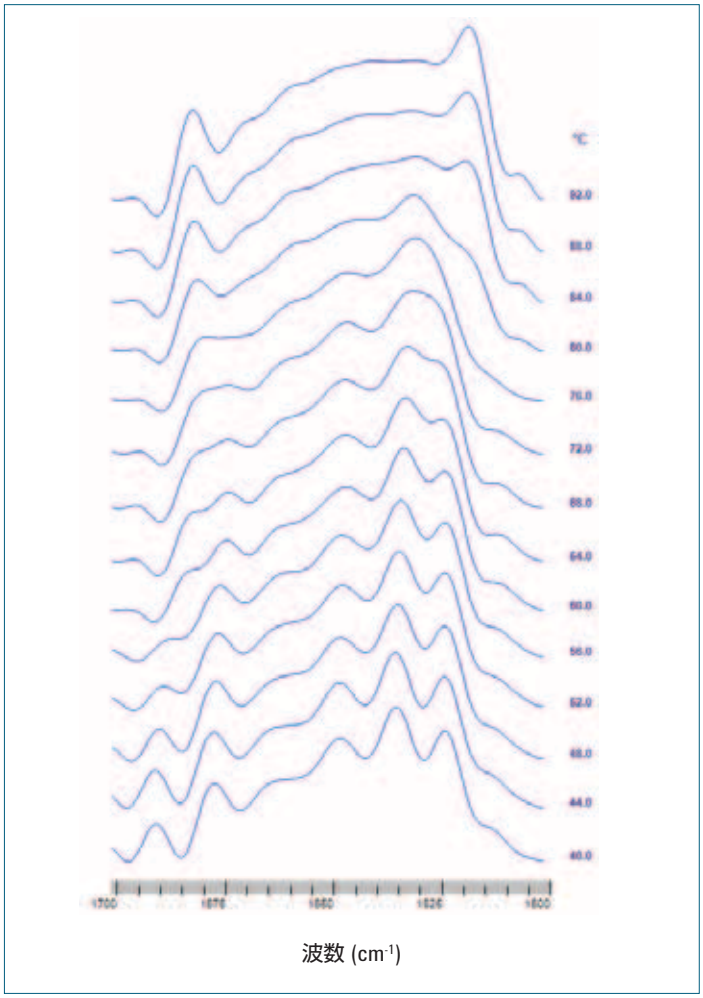


食用油の赤外吸収スペクトル
FTIR は、QC/QA アプリケーションに最適なツールです。QC/QAアプリケーションの例としては、AOAC メソッドを用いたトランス脂肪酸の定量分析などがあります。また、ハラールアプリケーションや、食品および飲料処理における乳剤分析にも適しています。

アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

β-ラクトグロブリン (β-lg) は、牛乳にもっとも多く含まれる球状タンパク質で、牛乳のホエー画分の主成分です。

この例は、重水素を含むリン酸バッファ (pH 8.6) 中の β-lg A (5 % w/v) の熱特性について、カイネティクスソフトウェアを用いて構造の変化をリアルタイムで分析しています。右図は、40 °C から 92 °C までの加熱時における赤外スペクトルを示しています。このデータは、タンパク質の構造と機能の関係を解明するうえで役立ちます。



波数 (cm^{-1})

蛍光分光法 :
測定の限界を広げるパフォーマンス

Cary Eclipse 蛍光分光光度計は、ワールドクラスの Cary 紫外・可視分光光度計の技術を活用しています。独自のキセノンフラッシュランプを備えた Cary Eclipse は、ルームライトイミュニティ機能を備えた唯一の分光光度計です。サンプルの大きさの制約はありません。したがって、サンプルコンパートメントを開いたままでもデータを取得することが可能となり、試料の大きさによる制約がなくなります。

ペルチェ温度制御マルチセルホルダ、ポーラライザ、液体/固体用光ファイバープローブ、96 および 384 ウェルプレートに対応するマイクロプレートリーダーなど、食品アプリケーション専用のアクセサリも使用できます。

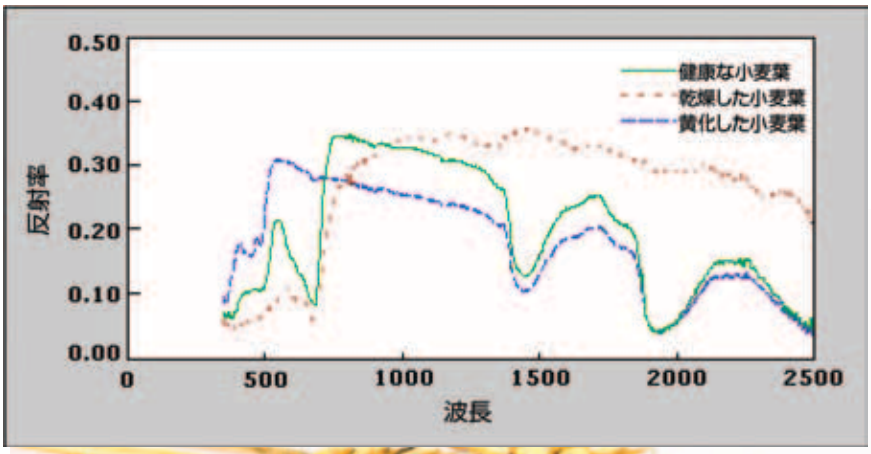
紫外・可視分光法：
世界の絶対的な標準機

アジレントの Cary UV-Vis および UV-Vis-NIR 分光光度計は、卓越した測光精度と直線性、優れた安定性、最高のスペクトル分解能を備えています。

アジレントの UV-Vis システムは、QA/QC から、メソッド開発、基礎および応用研究まで、食品化学のあらゆる分析ニーズに対応します。また、ペルチェ式温度制御セルホルダ、オートサンプラ、光ファイバープローブ、積分球など、幅広いアクセサリを組み合わせることが可能です。

ワイン中のタンニンの測定は、発酵状態を評価するために欠かせません。独自の光ファイバーオプティクスおよびキセノンフラッシュランプを備えた Cary 60 UV-Vis 分光光度計は、最小限のサンプル前処理をおこなうだけで、データ品質を損なわずにサンプルを分析することができます。

また、Cary Wine Analyzer ソフトウェアを使えば、測定経験のないオペレーターでも、すぐにワインサンプルを分析することができます。国際的に認可された 16 種類のテストを実施し、色濃度や色相、二酸化硫黄、クエン酸、グルコース/フルクトースを分析することが可能です。



スペクトルデータから得られる表面反射率の測定値を利用すれば、大規模農場における穀物の生育状態の空間的なばらつきやバイオマスを評価することができます。

健康な小麦葉と黄化した小麦葉のスペクトルを比較したこの例では、反射率と透過率における色素成分の明らかな違いが確認できます。図からもわかるように、黄化した葉ではクロロフィル合成が抑制されるために、可視赤色光の反射率が大幅に低くなっています。黄化した葉のスペクトルでは、可視青色光領域のレスポンスも大幅に低下しています。これは、光がなくても産生されるカロテノイド色素の影響です。

アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

生物学的食品分析ソリューション

種の特定、病原体の確認、アレルゲンの検出に最新メソッドを活用

電気泳動と PCR は、もっとも広く利用されている生物学的食品分析テクニックです。電気泳動では通常、PAGE (ポリアクリルアミドゲル電気泳動) メソッドが用いられます。しかし、ゲルの前処理、分析、スキャンや、バンドパターンの解析には、高度な技術が必要とされます。また、このルーチンメソッドは、分析時間が最長 2 日にもなることがあります。数時間や数分で判断を下さなければならない多くの食品アプリケーションでは、この時間はあまりにも長すぎます。

病原微生物の分析では、従来の細菌培養テクニックに代わる高速手法として、核酸ベースのアッセイ (PCR など) が使用されるようになっています。

リアルタイム定量 PCR (qRCR) は、リアルタイムでのキネティックス分析が可能なので、従来の PCR に比べて、反応スピードや感度、選択性といった点で大きな利点が得られます。また、PCR 分析後に反応チューブを開く必要がないので、クロスコンタミによる擬陽性の発生も防ぐことができます。

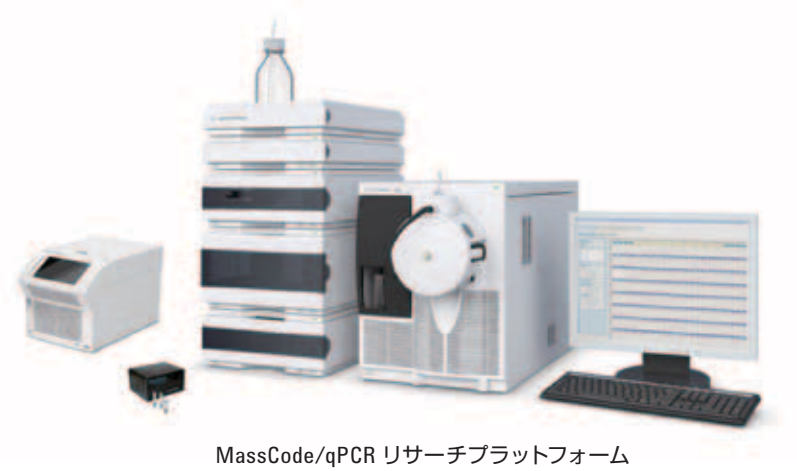
Agilent 2100 バイオアナライザと qPCR 製品を使えば、コスト効率の良い核酸ベースの高速メソッドを活用して、食品表示の真偽を確認することができます。また、end-point 法 PCR 法における生成 DNA fragment を定量することにより、定量の推定値を求めることも可能です。

マルチプレックス病原体検出

Mass Code/qPCR 技術は、個々の遺伝子をそれぞれに特異的なタグにより標識したプライマーと反応させ、反応産物を質量分析することにより、タグ部分の質量に相当するピークの増加を分析します。極めて高い分解能を持つ、質量分析を使用することにより、多くの候補病原体のうち、試料に何がどの程度混入していたかを短時間に特定可能です。

種の特定

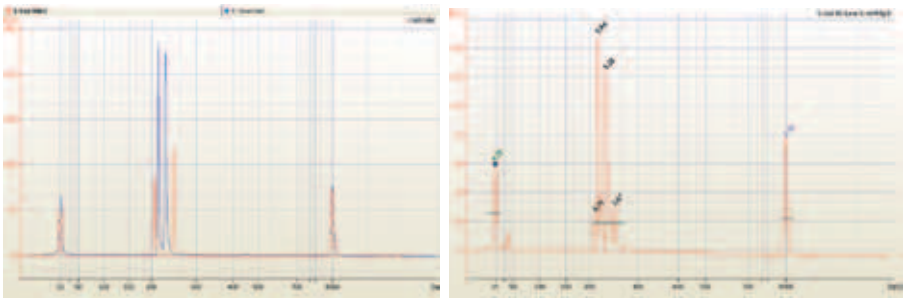
タンパク質を加熱冷却すると、フォールディング (折りたたみ) やアンフォールディング (折りたたみの解除) が生じ、特定の反応を起こしたり、個々の DNA 配列を探したりすることが可能になります。たとえば、遺伝子データ (qPCR で採取) と 2100 バイオアナライザの分離機能を組み合わせれば、魚の種を正確に特定できます。



MassCode/qPCR リサーチプラットフォーム

一般的なタンパク質ベースの海産物の種特定メソッド (等電点など) には、高度な技術が求められます。また、類似の種は識別できないほか、加工食品には適していません。しかしながら、PCR-RFLP などの DNA メソッドでは、加工サンプルや混合サンプルでも、より客観的で特異的、かつ堅牢な結果を得ることができます。

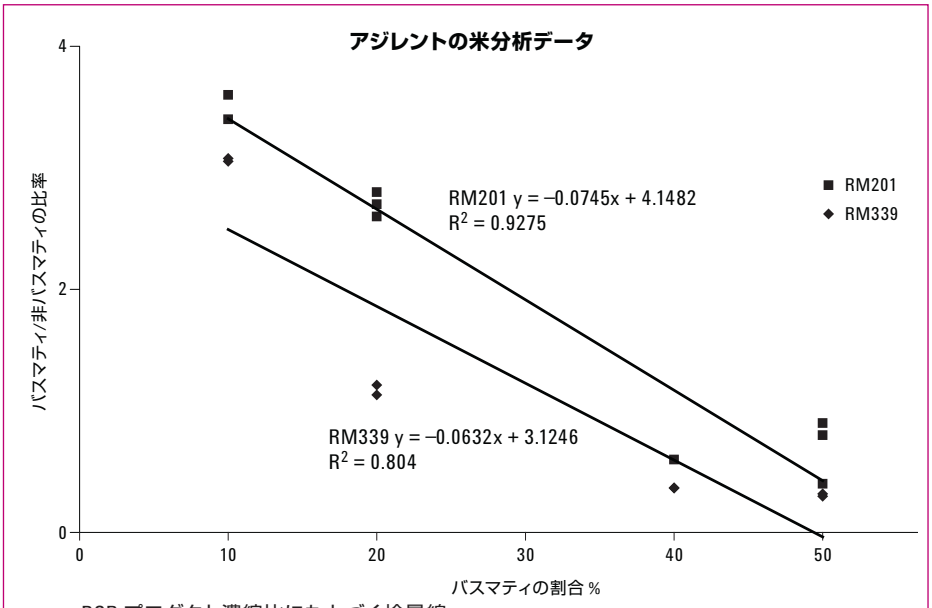
この例では、タラ DNA 抽出物とマグロ DNA を 1:20 の比率で混合しました。その後、混合物を PCR で増幅し、DdeI で消化しました。この結果は食品混合物中に含まれる少量の魚種の検出・特定が可能であることを示しています。



DNA 混合物中の少量の魚種が検出されています。

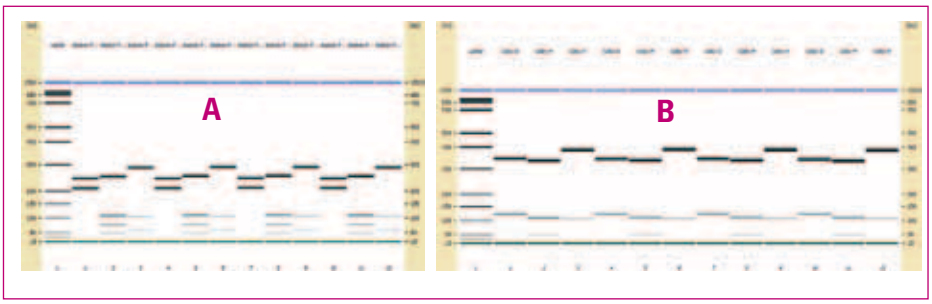
米の正確な食品表示は、品質を確保し、規則を遵守するために欠かせません。2003 年、英国食品基準局は、8 種類の米マイクロサテライト配列の PCR 増幅による DNA 変種分析メソッドを用いて、バスマティ米製品の調査を実施しました。この調査では、対象製品の 74 % に、7 % を超えるバスマティ米以外の品種が含まれていることが明らかになりました。

品種確認の必要性が明確になったことを受け、3 つのプライマーセットを用いて承認米と非承認米を識別するバイオアナライザアッセイが開発されました。以下に示すように、このアッセイでは、標準試料を用いて、非バスマティ米の量を推定することもできます。



PCR プロダクト濃縮比にもとづく検量線

Agilent 2100 バイオアナライザと RFLP Decoder ソフトウェアを組み合わせれば、再現性の高いデータが得られます。この図は、スケトウダラ (A) およびシロイトダラ (B) 分析のラボ間メソッド再現性を示しています。



アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

サンプル前処理

複雑なマトリックスから サンプルを確実に抽出および濃縮

簡単で信頼性の高いサンプル前処理を実現する Agilent QuEChERS (キャッチャーズ) キット

必要なものがあらかじめパッケージ化された Agilent QuEChERS キットを使えば、QuEChERS サンプル前処理の利点である前処理時間の短縮を簡単に実現できます。

- **抽出用キット**の塩は必要な量が事前に計量され、防湿パックに入っています。有機溶媒をサンプルに添加した後に添加できるため、サンプルの回収率を損なう発熱反応を避けることができます。
- **分散 SPE キット**の吸着剤と塩は 2 mL または 15 mL サイズの遠心分離チューブで提供されています。現行の AOAC および EN メソッドで規定された分量に対応しています。
- **セラミック製のホモジナイザ**により塩の凝集を防ぎ、一貫したサンプル抽出を促進し、抽出および分散における回収率を向上することが可能です。

正確で再現性の高い測定をすぐに開始できる アジレントの SPE 固相抽出カートリッジ

Agilent SPE は、食品サンプルや生物学サンプルなどの複雑なマトリックスから干渉を選択的に除去し、分析対象物を分離します。

以下のような特長があります :

- **独自の 3 段階 QC プロセス**により、適切な粒子サイズを確認し、優れたフロースルーとパフォーマンスを確保しています。
- **三官能基結合プロセス**により、モノメリック結合を超える安定性を実現しています。
- シリンジバレル型から 96 ウェルプレートまでのさまざまなサイズがあり、**シリカ、非シリカ、ポリマー相といった幅広いラインナップの充てん剤**を提供しています。
- **幅広いマニホールドとアクセサリを提供しています。**

ウシ肝臓に含まれる 11 種類のキノロン系抗生物質の測定。抽出には Agilent EN 抽出キットと、5 % FA アセトニトリルを用いました。精製には、Agilent 分散 SPE キット (25mg C18 および 150 mg $MgSO_4$) を使用し、抽出したサンプルを LC/MS/MS で分析しました。

定量下限 (LOQ) は 5.0 ng/g で、5.0～400 ng/g の範囲で検量線の直線性が得られました。強化前の回収率は、11 化合物中 10 種類で 90～110 % (ピペミド酸は 65 %)、RSD は 2～13.4 % でした。

QuEChERS 抽出手順

ホモジナイズした肝臓サンプル 2 g を計量し (±0.05g)、50 mL 遠心分離管に入れる

↓

IS スパイク溶液 100 µL、QC スパイク溶液 50 µL を添加
必要に応じて 30 秒ボルテックス

↓

30 mM KH_2PO_4、pH 7.0 バッファ 8 mL を添加し、ボルテックス

↓

5 % FA アセトニトリル 10 mL を添加し、30 秒間よく攪拌

↓

サンプリーク EN QuEChERS 抽出キットを添加し、1 分間よく攪拌

↓

4,000 rpm で 5 分間遠心分離

↓

上澄みのACN層 1 mL を サンプリーク QuEChERS 分散
SPE 2 mL チューブに移す

↓

1 分間ボルテックス、マイクロ遠心分離により 13,000 rpm で 3 分間遠心分離

↓

抽出液 800 mL を別のチューブに移し、N_2 を用いて 40 °C で乾燥させる

↓

800 µL 1:9 MeOH/H_2O (0.1 % FA) に溶解し、ボルテックスおよび超音波分解

↓

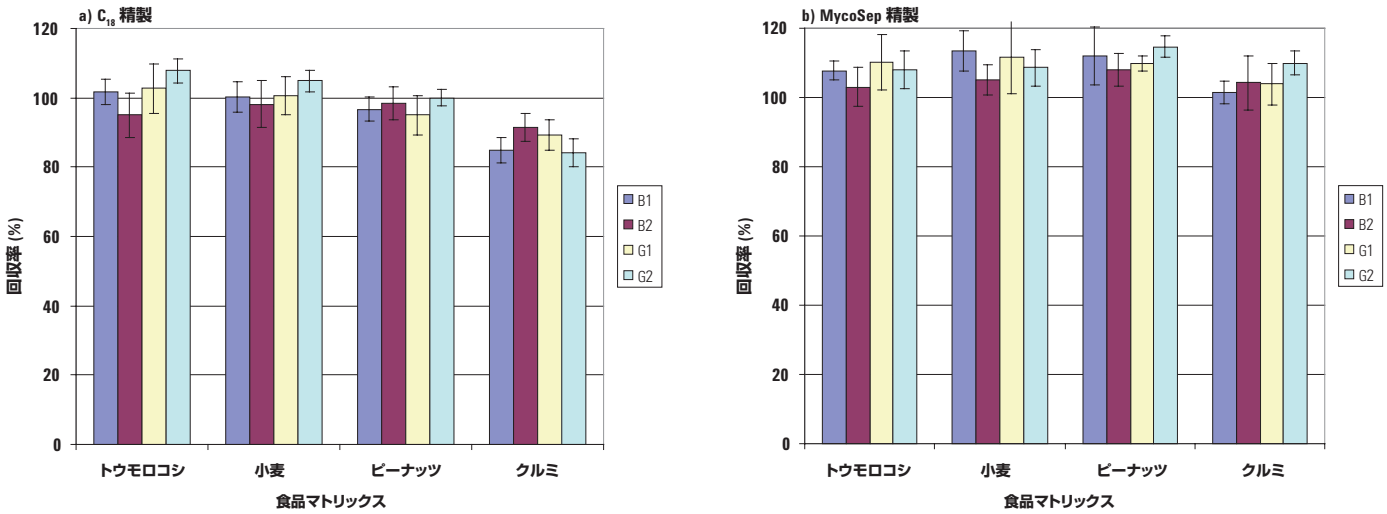
0.22 µm セルロース酢酸スピンフィルタによりサンプルをろ過

↓

サンプルを LC/MS/MS で分析

抗生物質分析の Agilent QuEChERS フローチャート

アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。



a) C_{18} 精製および b) MycoSep 精製を用いた食品マトリックス中アフラトキシン B_1、B_2、G_1、G_2 の回収率

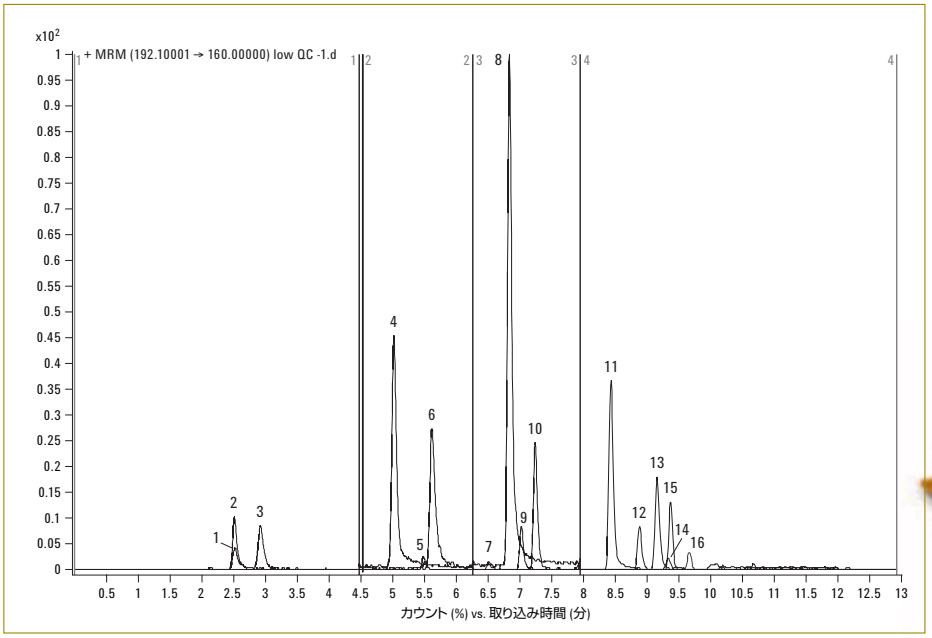
この例では、QuEChERS アプローチをさらに拡大し、穀類およびナッツ類のアフラトキシン B_1、B_2、G_1、G_2 の分析および確認に応用しています。4 種類すべてのサンプルマトリックスで、検出下限は 0.15 µg/kg 未満、定量下限は 0.5 µg/kg 未満でした。

毒物	回収率 [%] ± RSD [%]、3 レベル、n = 3						
	小麦	トウモロコシ	デュラム小麦	オート麦	パン	ミューズリー	乳児食
DON	90 ± 5.2	93 ± 2.8	98 ± 3.8	96 ± 5.1	87 ± 1.7	87 ± 3.7	88 ± 12
NIV	67 ± 5.9	74 ± 2.5	67 ± 6.3	73 ± 10	65 ± 5.7	71 ± 13	66 ± 10
3ADON	89 ± 9.3	88 ± 7.6	97 ± 6.6	93 ± 11	100 ± 5.5	101 ± 7.1	91 ± 9.4
15ADON	92 ± 13	87 ± 15	89 ± 11	89 ± 11	96 ± 9.5	98 ± 8.3	96 ± 6.6
FUS	91 ± 10	94 ± 4.2	91 ± 7.8	91 ± 7.8	98 ± 8.5	97 ± 6.4	6 ± 4.3
T-2	87 ± 7.6	88 ± 8.8	84 ± 2.2	84 ± 2.2	83 ± 8.2	75 ± 11	70 ± 7.3
HT-2	82 ± 7.3	91 ± 3.3	85 ± 5.0	85 ± 5.0	79 ± 3.3	70 ± 7.7	74 ± 0
NEO	91 ± 2.6	78 ± 11	68 ± 18	68 ± 18	80 ± 2.0	104 ± 10	71 ± 6.3
DAS	82 ± 8.3	89 ± 3.6	85 ± 5.2	85 ± 5.2	75 ± 3.7	82 ± 6.8	68 ± 4.6
MAS	86 ± 13	85 ± 12	93 ± 4.2	93 ± 4.2	86 ± 11	88 ± 16	91 ± 14
T-2 トリオール	69 ± 9.1	66 ± 1.2	83 ± 2.8	83 ± 2.8	76 ± 9.3	82 ± 3.3	71 ± 7.9
T-2 テトラオール	69 ± 12	75 ± 6.8	73 ± 10	73 ± 10	65 ± 11	67 ± 17	70 ± 16
ZEA	110 ± 5.9	113 ± 5.0	108 ± 4.8	108 ± 4.8	111 ± 6.0	102 ± 2.7	116 ± 6.7

DONPrep® IAC、MycoSep® 227、Bond Elut Mycotoxin® カートリッジを用いて分析した自然汚染サンプル 6 種類のトリコテセン成分 (n=3)。
Klötzel らによるデータ [10]。

フザリウムは、毒性物質を生成する菌類で、一般には米国、欧州、アジアの温帯域で生育された穀類から検出されます。この表は、Bond Elut Mycotoxin カラムを用いた精製後に、化合物を添加した小麦、トウモロコシ、デュラム小麦、オート麦、パン、ミューズリー、乳児食のサンプルから得られた 12 種類のトリコテセンおよび ZEA の平均回収率と RSD を示しています。

表からもわかるように、活性炭/アルミナカートリッジを用いた抽出メソッドと比べて、回収率が最大 31 % も向上しています。回収率の向上は、DON、NIV、3ADON、T-2 テトラオールといった極性のある毒性物質で特に大きくなっています。



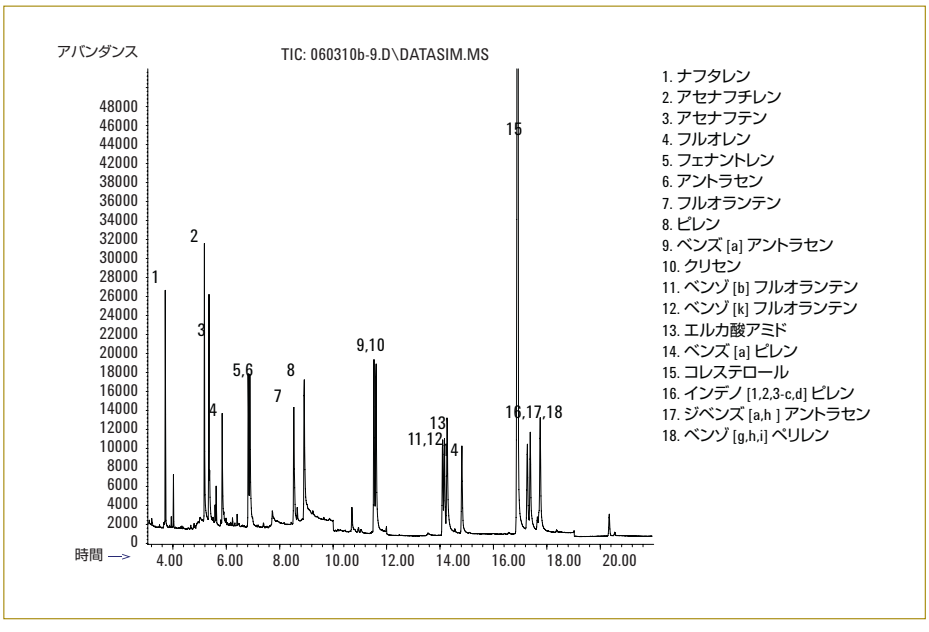
強化リンゴ抽出液 10 ng/g のクロマトグラム

ピーク番号：

1. メタミドホス
2. アセフェート
3. ピメトロジン
4. カルベンダジム
5. イミダクロプリド
6. チアベンダゾール
7. ジクロルボス
8. プロポキスル
9. チオファネートメチル
10. カルバリル
11. エトプロホス
12. ペンコナゾール
13. シプロジニル
14. ジクロフルアニド
15. クレソキシムメチル
16. トリフルアニド

この例では、Agilent AOAC バッファ入抽出 キットと一般的な果実および野菜用の Agilent AOAC 分散 SPE キットを用いて、リンゴに含まれる代表的な農薬を精製する簡単で効果的な高速メソッドを開発しました。

マトリックス添加標準物質の分析から得られた回収率と再現性は、いずれも複数種類の残留農薬測定における許容範囲内でした。リンゴの不純物とマトリクス効果は最小限に抑えられ、ターゲット化合物の定量で干渉は生じませんでした。また、各農薬の LOQ は、欧州および北米で規定されている MRL を大幅に下回りました。

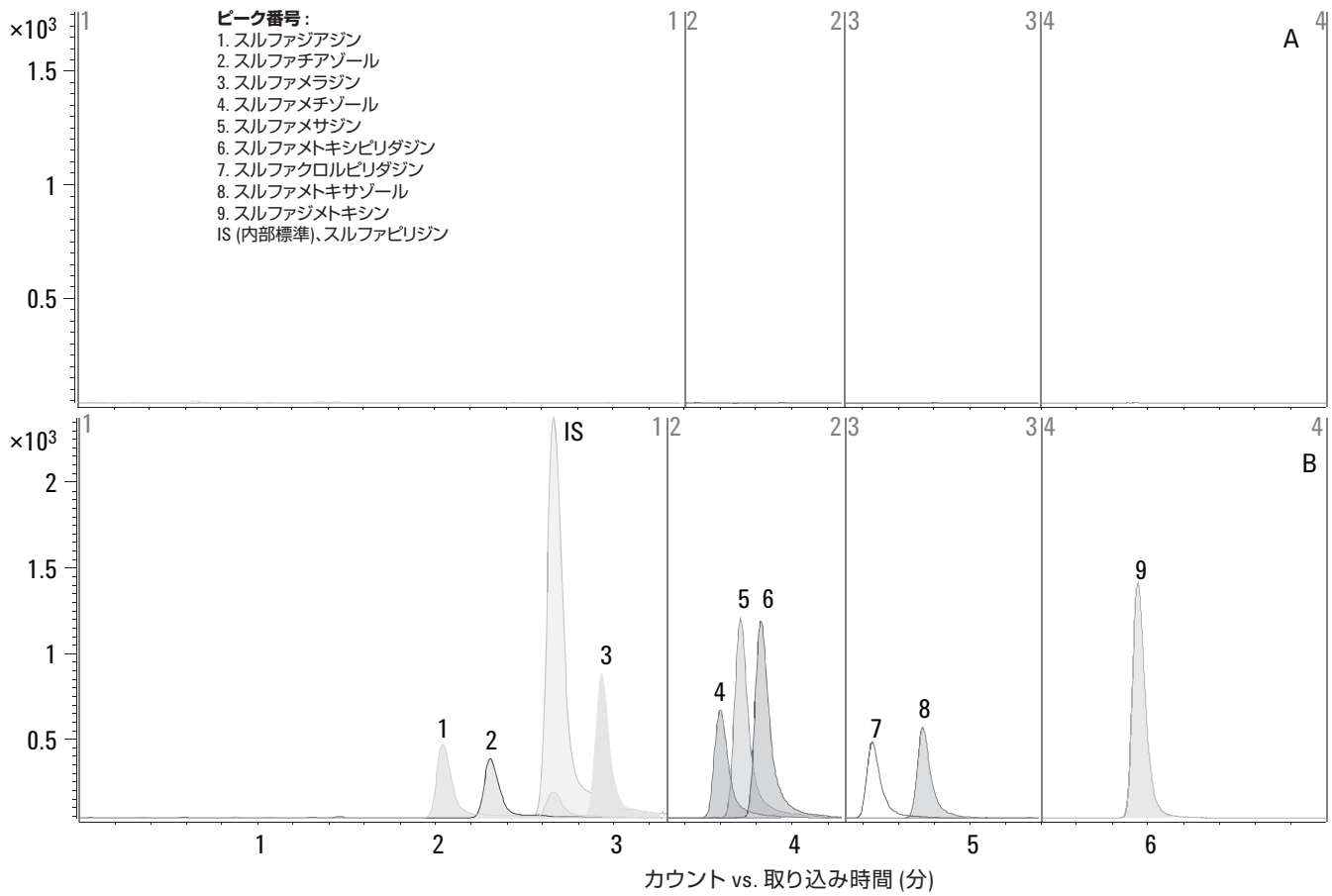


1. ナフタレン
2. アセナフチレン
3. アセナフテン
4. フルオレン
5. フェナントレン
6. アントラセン
7. フルオランテン
8. ピレン
9. ベンズ [a] アントラセン
10. クリセン
11. ベンゾ [b] フルオランテン
12. ベンゾ [k] フルオランテン
13. エルカ酸アミド
14. ベンズ [a] ピレン
15. コレステロール
16. インデノ [1,2,3-c,d] ピレン
17. ジベンズ [a,h] アントラセン
18. ベンゾ [g,h,i] ペリレン

メキシコ湾の石油流出事故は、石油炭化水素で汚染された環境マトリックスを分析できる、信頼性の高い高速分析の必要性を浮き彫りにしました。QuEChERS と、バックフラッシュ機能を備えた GC/MS または GC/MS/MS を組み合わせれば、サンプル前処理を簡略化し、サイクル時間を短縮することが可能です。

この例では、QuEChERS、DB-5ms 20 m x 0.18 mm、0.18 µm GC/MS を SIM モードで用いて、スワイフィッシュから 50 ppb の EPA PAH を抽出しました。

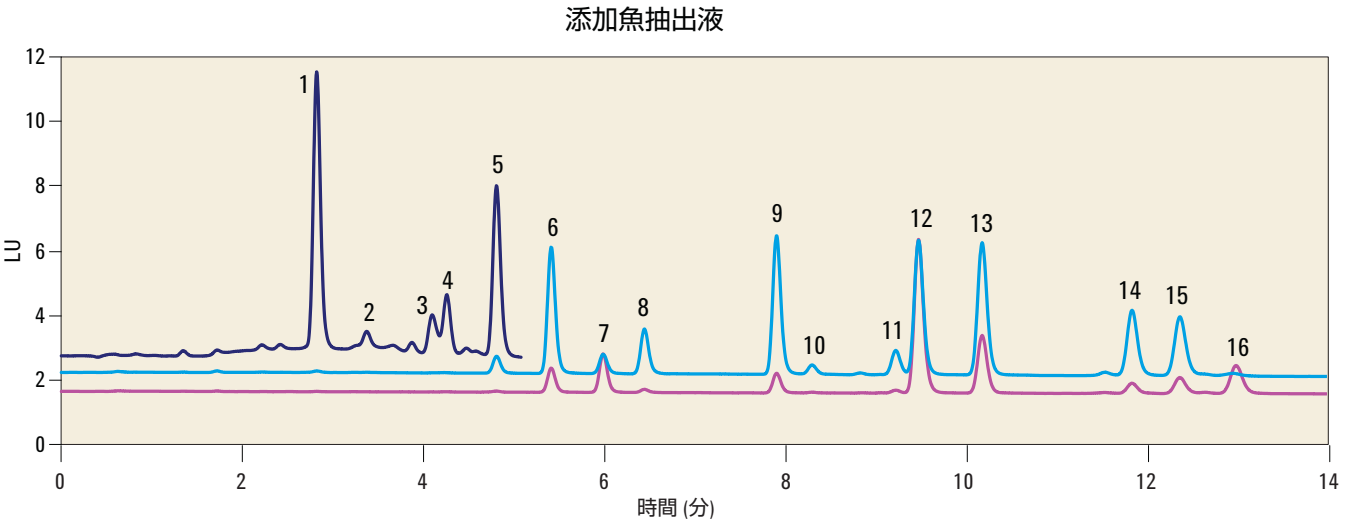
アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。



A) 肝臓ブランク抽出液および B) 100 ng/g 強化肝臓抽出液の LC/MS/MS クロマトグラム

Agilent QuEChERS キットと LC/MS/MS を用いたウシ肝臓中スルホンアミド系抗生物質の分析

マトリックス添加標準物質の分析から得られた回収率と再現性は、複数種類の残留スルホンアミド測定における許容範囲内でした。また、肝臓の不純物とマトリクス効果は最小限に抑えられ、ターゲット化合物の定量で干渉は生じませんでした。各キノロンの LOQ は、動物飼料製品 (20-100 ng/g) の MRL 規定値を大きく下回りました。



以下の物質を含む添加魚サンプルの HPLC- FLD クロマトグラムの重ね表示 : 1. Nap 2. Acy 3. Ace 4. Flu 5. Phe 6. Ant 7. Fln 8. Pyr 9. BaA 10. Chr 11. BeP 12. BeA 13. BkF 14. DahA 15. BghiP 16. InP。サンプルの添加レベルは、レベル 1 です。クロマトグラムの青い部分の励起/発光波長は 260-nm/352-nm、赤い部分は 260-nm/420-nm、水色の部分は 260-nm/440-nm です。アセナフチレンについては、230-nm での UV 検出を用いました。

PAH	添加レベル (ng/g) (n = 6)					
	1		2		3	
	%回収率	%RSD	%回収率	%RSD	%回収率	%RSD
ナフタレン	94.7	1.4	97.9	1.1	93.8	1.4
*アセナフチレン	87.8	1.7	96.3	1.2	85.6	0.8
アセナフテン	92.1	1.5	93.0	1.8	96.7	0.8
フルオレン	98.1	1.5	89.9	1.0	97.2	0.9
フェナントレン	90.6	0.9	93.8	0.8	83.1	1.7
アントラセン	96.7	1.0	87.6	0.8	92.1	0.6
フルオランテン	83.4	1.3	93.9	1.5	95.9	1.2
ピレン	93.5	1.8	86.1	1.3	95.0	1.4
1,2-ベンズアントラセン	94.5	1.3	89.6	1.6	94.9	1.0
クリセン	101.0	1.4	97.8	1.7	87.2	1.6
ベンゾ [e] ピレン	88.8	1.5	85.2	1.9	95.0	1.4
ベンズ [e] アセナフチレン	95.5	0.7	92.7	0.7	89.2	0.9
ベンゾ [k] フルオランテン	93.5	0.8	94.6	0.9	98.9	0.8
ジベンゾ [a,h] アントラセン	88.2	0.9	97.3	1.1	97.1	0.6
ベンゾ [g,h,i] ペリレン	98.4	0.8	95.5	1.6	98.2	0.7
インデノ [1,2,3-cd] ピレン	91.5	1.5	97.9	0.9	94.3	0.7

* 230 nm で UV 検出

魚サンプルに含まれる 16 種類の多環芳香族炭化水素の回収率と RSD (n = 6)

この例では、Agilent QuEChERS AOAC キットと HPLC-FLD を用いて、魚に含まれる多環芳香族炭化水素を分析しています。
回収率と再現性 (RSD) は、3 種類の濃度の添加サンプルをもとに算出しました。
分析は各添加レベルで 6 回 (n=6) 繰り返しました。

上の表からもわかるように、16 種類すべての多環芳香族炭化水素について、きわめて優れた回収率と RSD が得られています。

アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

ワークフローをスムーズに保ち、コンタミネーションを防ぎます。

食品安全性分析の重要性は、いまだかつてなく高まっています。カラムや消耗品に起因するトラブルによって生産性や分析結果の信頼性が低下することは避けなくてはなりません。アジレントの製造するカラムや消耗品は、業界の最前線に立ち続けながら、機器の耐用年数全体にわたって複雑な食品アプリケーションに不可欠な最高の性能を維持できるように設計されています。

LC カラム

研究から最先端のメソッド開発、ルーチン品質確認までに対応する **Agilent ZORBAX HPLC カラム**は、高スループット分析に最適化されています。条件の厳しい食品アプリケーションで求められる感度、精度、信頼性を備えています。

たとえば、新しい **Poroshell 120 カラム**は、サブ 2 ミクロンカラムに匹敵する分析スピードと分離能を備えています。標準的な 2 µm フリットを使用しているので、複雑な食品サンプルを分析しても目詰まりすることはありません。

GC カラム

Agilent GC カラムは、複雑なサンプルでも優れた再現性を得られるように設計および製造されています。きわめて低いブリード、最高の不活性、厳密なカラム間再現性を備えた Agilent GC カラムは、市場で最高のパフォーマンスを実現します。

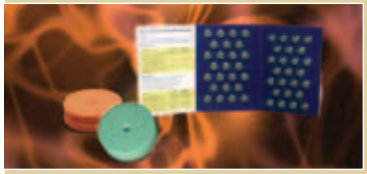
Poroshell 120 カラムは、サブ 2 ミクロンカラムに匹敵するスピードと分離能を備えています。寛容性の高い 2 µm フリットを使用しているので、食品安全性サンプルへの耐性が優れています。

バックフラッシュテクニックを使えば、不要なマトリックスを GC から取り除くための時間を短縮できます。これにより、分析のサイクル時間が短縮され、さらにカラムの寿命がより向上します。

部品と消耗品

世界最大の測定機器メーカーであるアジレントは、市場でもっとも幅広い部品や消耗品をお客様に提供しています。経験豊富な機器設計チームによって設計・選択された消耗品は、アジレントの厳しい仕様に従って製造され、厳密な条件のもとでテストされています。

さらに、すべてのアジレント製カラムと消耗品は、高いレベルのテクニカルサポートに支えられています。Web、電話、そしてサポートエンジニアがお客様をサポートします。また、出荷日から 90 日間の保証もついています。



プレミアムノンスティックセプタム
プラズマ処理により、ブリードと汚染を排除しています。GC システムをいつでもクリーンに保ち、メンテナンスの手間を軽減します。

ベスペル/グラファイトフェラル
GC/MS アプリケーションに最適の硬度で製造されているため、剥離により生じる汚染を回避できます。

MS 認定スプリット/スプリットレスライナ
FID および MSD によりテストされ、不活性、純度、一貫性が確認されています。アジレント独自の不活性化プロセスにより不活性化されています。

リサイクルカートリッジ式ガストラップシステム
カラムに入るガスの品質を向上させることで、ブリードを防ぎ、カラム性能を維持します。

PEEK/ステンレススチール製 LC 用配管
デッドボリュームを排除し、接続部の不活性や密閉性を保ち、リークを防ぎます。

Agilent 認定バイアル
お使いのオートサンプラの動作および注入メカニズムに完璧に適合します。不測のダウンタイムや高額の修理、サンプルのロスにつながる故障やリークを防ぎます。

Agilent ICP-MS スキマーコーン
Agilent ICP-MS 部品と消耗品は、独自の ICP トーチからスキマーコーンに至るまで、つねに機器の最適な状態を保てるように、徹底的にテストされています。

アジレントの食品分析ソリューションの詳細については、
www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

高度な専門知識、充実したトレーニングとサービスにより、アジレントはお客様の食品分析を総合的にサポートします。

・アジレントが提案する画期的なサポートサービス

アジレントは、単一機器のサポートにも、複数のラボ、複数のベンダーの機器のサポートにも対応しています。据付からアップグレード、操作、修理までのあらゆる場面で、問題の迅速な解決や稼働時間の延長、リソースの最適化を支援します。

・アジレントのバリュープロミス

アジレントのバリュープロミスは、購入日から 10 年間、製品の性能と価値をサポートするものです。また、アップグレードの際には、製品の残存価値に見合った導入プランを提案します。

・アジレントのサービス保証

アジレントサービス契約の対象となっている機器に不具合が生じた場合、アジレントは、その修理または交換作業を無償で実施します。ラボの最高の生産性を保つために、これほど高いレベルのサポートサービスを提供しているメーカーは、アジレントだけです。

詳細情報

アジレントの食品安全性ソリューションの詳細については、**www.agilent.com/chem/jp** をご覧ください。

カストマコンタクトセンタ :
フリーダイヤル 0120-477-111

ホームページ
www.agilent.com/chem/jp

本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。また、本文書掲載の機器類は薬事法に基づく登録を行っておりません。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2010
Printed in Japan September 15, 2011
5990-6505JAJP

Agilent Technologies